

# BIOFLUKSATTUJEN BITUMIEN OMINAISUUDET JA KÄYTTÖ VARASTOITAVISSA PEHMEISSÄ ASFALTTIBETONIMASSOISSA

Markus Simonen

Diplomityö, joka on jätetty  
opinnäytteenä tarkastettavaksi  
diplomi-insinöörin tutkintoa varten  
Espoossa 13.1.2011

Valvoja:	professori Terhi Pellinen
Ohjaajat:	professori Terhi Pellinen diplomi-insinööri Timo Blomberg

AALTO-YLIOPISTO INSINÖÖRITIEIDEN KORKEAKOULU PL 14100, 00076 AALTO <a href="http://www.aalto.fi">http://www.aalto.fi</a>		DIPLOMITYÖN TIIVISTELMÄ	
Tekijä: Markus Simonen			
Työn nimi: Biofluksattujen bitumien ominaisuudet ja käyttö varastoitavissa pehmeissä asfalttibetonimassoissa			
Tutkinto-ohjelma: Yhdyskunta- ja ympäristötekniikka			
Pääaine: Liikenne- ja tietekniikka		Pääaineen koodi: R3004	
Valvoja: professori Terhi Pellinen Ohjaajat: professori Terhi Pellinen ja diplomi-insinööri Timo Blomberg			
<p>           Öljysora kehitettiin 1950-luvulla vähäliikenteisten teiden edulliseksi päällystemateriaaliksi. Sen käyttö rajoitettiin Suomessa paikkaustarkoituksiin massan sideaineena käytetyn bitumiöljyn sisältämien haihtuvien hiilivetyjen takia. Nynas Oy alkoi vuonna 2008 tutkia bitumiöljyn liuottimien korvaamista biofluksilla. Biofluksi on Neste Oilin patentoiman kemiallisen prosessin (NExBTL) lopputuote, jonka raaka-aineita ovat kasviöljyt, eläinrasvat sekä vety. Biofluksin etuja suhteessa öljysoran sideaineen käytetyn bitumiliuoksen (kauppanimi BL2K) liuottimiin saattavat olla vähäisemmät haihtuvien hiilivetyjen päästöt sekä raaka-aineiden uusiutuvuus.         </p> <p>           Tässä diplomityössä tutkittiin, miten koostumukseltaan erilaiset biofluksatut bitumit soveltuvat varastoitavien pehmeiden asfalttibetonimassojen sideaineiksi. Varastoitavia massoja käytetään ympäri vuoden teiden ja katujen paikkaukseen sekä tilapäisiin päällysteisiin. Massojen työstettävyyden on siten yksi keskeinen kriteeri soveltuvuutta arvioitaessa. Varastomassoilta vaadittavia ominaisuuksia selvitettiin kirjallisuuden perusteella ja koostumukseltaan erilaisten biofluksattujen bitumien ja niistä valmistettujen massojen ominaisuuksia tutkittiin laboratoriossa. Lisäksi biofluksattujen bitumien koostumuksen ja niistä valmistettujen asemasekoitteiden massojen stabiiliteetin muutoksia seurattiin varastokasasta ja vuonna 2008 rakennetuilta koeteiltä otetuista näytteistä.         </p> <p>           Laboratorio-osuutta varten valmistettiin neljä eri biofluksattua bitumia eri bitumipohjista (V1500, V3000, V6000 sekä 160/220) siten, että kaikkien vaihtoehtojen alkuviskositeetin tavoite 60 °C:ssa oli 600 mm<sup>2</sup>/s. Valmistetuista biofluksatuista bitumeista määritettiin perusominaisuuksia (leimahduspiste, tiheys, viskositeetti ja liuottimen haihtuminen) sekä seurattiin vanhenemisen aiheuttamia muutoksia biofluksattujen bitumien koostumuksessa ja reologisissa ominaisuuksissa eri vanhentamiskäsittelyjen jälkeen. Biofluksatuista bitumeista valmistetuista massoista tutkittiin vedenkestävyys tuoreista näytteistä MYR-menetelmällä sekä eri-ikäisistä näytteistä työstettävyyden levyvastuskokeella ja stabiiliteetti halkaisuvetolujuuskokeella. Vertailusideaineina eri vaiheissa käytettiin BL2K:ta sekä levyvastuskokeessa lisäksi V1500-bitumia.         </p> <p>           Biofluksatuista bitumeista valmistettujen massojen vedenkestävyys oli hyvä eikä se eronnut BL2K:sta valmistetuista massoista. Biofluksin hidas haihtuminen pitää biofluksatuista bitumeista valmistetut massat työstettävänä pitkään. Toisaalta, pehmeimmistä bitumipohjista (V1500 ja V3000) valmistetut massat voivat jäädä stabiiliteetiltaan alhaisiksi. Tulosten perusteella arvioitiin biofluksattujen bitumien soveltuvan varastoitavien pehmeiden asfalttibetonimassojen sideaineiksi. Tutkimusten perusteella ei kuitenkaan voida arvioida biofluksattujen bitumien toimivuutta lopullisessa käyttökohteessa kuten reikäpaikkauksessa tai halpana vähäliikenteisten teiden päällysteenä. On suositeltavaa jatkaa kenttätutkimuksia sekä tutkia alkuviskositeettiltaan erilaisia biofluksattuja bitumeita.         </p>			
Päivämäärä: 13.1.2011		Kieli: suomi	
		Sivumäärä: 106 + 30	
Avainsanat: biofluksi, bitumi, PAB, pehmeä asfalttibetoni, bitumiliuos, varastomassa			

AALTO-UNIVERSITY SCHOOL OF ENGINEERING PL 14100, 00076 AALTO <a href="http://www.aalto.fi">http://www.aalto.fi</a>		ABSTRACT OF THE MASTER'S THESIS	
Author: Markus Simonen			
Thesis: Properties and utilization of biofluxed bitumens in stockpiled soft asphalt mixes			
Programme: Civil and environmental engineering			
Professorship: Transportation and highway engineering		Code: R3004	
Supervisor: professor Terhi Pellinen			
Instructors: professor Terhi Pellinen and M.Sc. (tech) Timo Blomberg			
<p>Oil gravel was developed in the 1950s and it has been used as an affordable pavement solution for low volume roads. However, the slow-curing cut-back bitumen in the mixture contains a considerable amount of volatile organic compounds; therefore in 1990s its use in Finland was restricted only to the patching purposes. To replace the volatile solvents used in cut-back bitumen, in 2008 Nynas AB introduced a new fluxing agent, bioflux. Bioflux is the product of a chemical process called NExBTL, which is patented by Neste Oil. The feed of NExBTL-process consists of vegetable oils, animal fats and hydrogen. The benefits of using bioflux instead of petroleum based fluxing agents may materialize in lower emissions of volatile organic compounds and in the use of renewable raw materials.</p> <p>The objective was to evaluate the use of biofluxed bitumens in stockpiled soft asphalt mixes. Stockpiled mixes are used for pothole patching and as temporary pavement material for all year round, thus workability emerges as a primary requirement. A literature research was conducted to define other requirements for stockpiled mixes. The properties of different biofluxed bitumens and asphalt mixes made of them were studied in laboratory. Additionally, a follow-up study of previously manufactured mixtures, both stockpiled and laid down to the test roads, was conducted to monitor the changes in the composition of biofluxed bitumens and in the mix stability.</p> <p>Four different compositions of biofluxed bitumens were selected for the laboratory study. The target viscosity for all biofluxed blends at 60 °C was 600 mm<sup>2</sup>/s. The viscosity graded bitumens used had viscosities of 1500, 3000 and 6000 mm<sup>2</sup>/s (at 60 °C). Also one penetration graded bitumen was studied having penetration of 200 1/10 mm at 25 °C. Basic properties (flashpoint, density, viscosity, and evaporation rate of the solvent) were measured from the original biofluxed blends. The changes in the composition and rheological properties were studied after aging blends with different aging procedures. Water sensitivities with MYR-test (EN-12697-12 method C) and stabilities obtained from indirect tensile strength testing were evaluated from the mixes incorporating the four alternative biofluxed bitumens. A traditional cut-back bitumen (viscosity of 600 mm<sup>2</sup>/s at 60 °C) and soft asphalt (viscosity of 1500 mm<sup>2</sup>/s at 60 °C) were used as the reference binders.</p> <p>The water resistance of the studied mixtures was good, and the mixes made of biofluxed bitumens did not differ from the ones made of the traditional cut-back bitumen. A slow evaporation of bioflux ensures a good workability for over a long period of time. On the other hand, bioflux with soft bitumen may cause the mixture to stay soft and unstable. Biofluxed bitumens were found to perform well in the stockpiled asphalt mixes. However, the actual performance as an acceptable pothole patching material of low volume road pavement was not verified under traffic or environmental loading. It is recommended to continue field investigations and laboratory studies of biofluxed bitumens with different blending viscosities.</p>			
Date: 2011-01-13		Language: Finnish	
		Number of pages: 106 + 30	
Key words: bioflux, bitumen, soft asphalt, cut-back asphalt, cold patching material, stockpile			

## **Alkusanat**

Tämä diplomityö on tehty Aalto-yliopiston Insinööritieteiden korkeakoulun Liikenne- ja tietekniikan tutkimusryhmässä. Diplomityön tilaajana oli Nynas Oy, jonka edustajia, Timo Blombergia ja Tapio Kärkkäistä, kiitän mahdollisuudesta työskennellä mielenkiintoisen aiheen parissa sekä panostuksesta diplomityön läpiviemiseksi.

Kiitän Neste Oil Oyj:n Teknologiakeskuksessa työskennelleitä henkilöitä sideaineiden valmistamisesta sekä monista tekemistänne tutkimuksista – ilman teidän panosta olennaisia osia diplomityöstä olisi jäänyt tekemättä. Lisäksi kiitän erikseen Öljytalon työntekijöitä joustavasta ja positiivisesta suhtautumisesta työskentelyyni laboratorioissanne kesän 2009 aikana sekä vastauksista kaikkiin kysymyksiini.

Destia Oy:n Maantiekylän asfalttiaseman henkilökuntaa kiitän avoimesta, avuliaasta sekä tervetulleeksi toivottavasta asenteesta.

Kiitän ohjaajiani professori Terhi Pellistä ja diplomi-insinööri Timo Blombergia. Terhi ansaitsee kiitokset etenkin työn loppuvaiheen tinkimättömästä ohjauksesta. Timon panos ohjaamiseen tämän diplomityön kaikissa vaiheissa oli merkittävä. Lisäksi dosentti Jarkko Valtonen auttoi omalla laajalla tietämyksellään minua eteenpäin koko diplomityön ajan.

Liikenne- ja tietekniikan tutkimusryhmässä olen saanut muutaman vuoden työskentelyni aikana vaihtelevia, mielenkiintoisia ja toisinaan jopa erikoisia työtehtäviä, mistä kiitos esimiehelleni Jarkko Valtoselle. Jarkon alaisuudessa olen myös aika ajoin ollut tekemisissä pehmeiden päällysteiden kanssa, mikä on ollut loistava pohja diplomityön tekemisen aikana. Jorma Salonen ja muut tutkimusryhmän työntekijät, kanssanne on ollut ilo työskennellä.

Takana on pitkä matka. Matkan eri vaiheissa minua ovat tukeneet ja vieneet eteenpäin vanhempani, sisarukseni sekä ystävät, jotka ovat muistuttaneet minua myös siitä, että maailmassa on muutakin kuin tekniikkaa. Lopuksi kiitän Lauraa tuesta, ymmärryksestä ja yhteisistä hetkistä. Tästä on hyvä jatkaa.

Espoossa 9.1.2011

Markus Simonen

# SISÄLLYSLUETTELO

<b>ALKUSANAT .....</b>	<b>4</b>
<b>LYHENTEET JA KÄSITTEET .....</b>	<b>6</b>
<b>1 JOHDANTO .....</b>	<b>6</b>
1.1 TYÖN TAUSTA .....	8
1.2 TUTKIMUSONGELMA .....	11
1.3 TAVOITE .....	11
1.4 TYÖN RAKENNE JA RAJAUS.....	12
<b>2 VARASTOITAVAT PEHMEÄT ASFALTTIBETONIT .....</b>	<b>14</b>
2.1 PEHMEÄT ASFALTTIBETONIMASSAT JA -PÄÄLLYSTEET .....	14
2.2 BITUMILIUOKSISTA .....	23
2.3 BITUMISTEN SIDEAINEIDEN OMINAISUUKSIA .....	29
<b>3 LABORATORIO-OSUUS .....</b>	<b>40</b>
3.1 SIDEAINETUTKIMUKSET .....	40
3.2 KIVIAINESTUTKIMUKSET.....	46
3.3 TIIVISTÄMÄTTÖMIEN MASSOJEN TUTKIMUKSET .....	46
3.4 TIIVISTETTYJEN MASSOJEN TUTKIMUKSET .....	49
<b>4 KENTTÄTUTKIMUKSET .....</b>	<b>51</b>
4.1 TUTKIMUSSUUNNITELMA.....	51
4.2 SIDEAINETUTKIMUKSET .....	51
4.3 KIVIAINESTUTKIMUKSET.....	53
4.4 VARASTOKASA- JA KOETIEMASSAT JA TUTKIMUSMENETELMÄT .....	53
4.5 KOEKAPPALEIDEN VALMISTUS JA TUTKIMUSMENETELMÄT .....	55
4.6 KOETIEKATSELMUKSET.....	55
<b>5 TUTKIMUSTULOKSET.....</b>	<b>56</b>
5.1 LABORATORIO-OSUUS .....	56
5.2 KENTTÄTUTKIMUKSET.....	64
<b>6 TUTKIMUSTULOSTEN TARKASTELU.....</b>	<b>67</b>
6.1 BITUMILIUOSTEN OMINAISUUDET .....	67
6.2 TIIVISTÄMÄTTÖMIEN MASSOJEN OMINAISUUDET .....	84
6.3 TIIVISTETTYJEN MASSOJEN OMINAISUUDET .....	88
6.4 KOETIEKATSELMUKSET.....	94
<b>7 YHTEENVETO, PÄÄTELMÄT JA SUOSITUKSET .....</b>	<b>98</b>
<b>LÄHTEET .....</b>	<b>102</b>
<b>LIITTEET.....</b>	<b>107</b>

## Lyhenteet ja käsitteet

Applikoida	Asettaa näyte tutkimusvälineelle
Asfaltti	Bitumin, kiviaineksen ja lisäaineiden seos
Asfalttibetoni	Asfaltti, jonka rakeisuuskäyrä on jatkuva ja jonka sideaineena on tiebitumi
Asfalttimassa	Asfaltti ennen tiivistystä
Asfalttipäällyste	Tiivistetty asfalttimassa
ASTM	American Society of Testing and Materials
Biofluksi	Neste Oilin kasviöljyistä ja eläinrasvasta sekä vedystä valmistama suora- ja haaraketjuisten C10-C20-alkaanien seos, ks. NExBTL
Biofluksattu bitumi	Sama kuin fluksattu bitumi, mutta liuotin on valmistettu biopohjaisista raaka-aineista; biofluxed bitumen
Bitumiliuos	Sideaine, jonka bitumipohjan viskositeettia on alennettu yleensä haihtuvalla maaöljypohjaisella liuottimella alhaisempien käyttölämpötilojen saavuttamiseksi ja jonka liuottimen haihtuminen ajan kuluessa lisää sideaineen jäykkyyttä; cut-back bitumen
BL2K	Bitumiliuos, jonka liuottimina on petroli ja kaasuöljy; varastoitavien pehmeiden asfalttibetonimassojen sideaine
CLP-asetus	Classification, Labelling and Packaging of substances and mixtures; Euroopan parlamentin ja neuvoston asetus ((EY) N:o 1272/2008) kemikaalien luokituksesta, merkinnöistä ja pakkaamisesta
DSR	Ks. reometri (dynamic shear rheometer)
Dynaaminen leikkausreometri	Ks. reometri
Eluentti	Ajoliuotin, jonka mukana liuenneet yhdisteet kulkeutuvat paikallisfaasissa
EN	Eurooppalaisen standardoimisjärjestön CEN:in (European Committee for Standardization) julkaisema standardi
Fluksattu bitumi	Bitumista ja heikosti haihtuvasta tai haihtumattomasta liuottimesta koostuva bitumiliuos; fluxed bitumen
HVL	Halkaisuvetolujuus
Kaasuöljy	Yhteisnimi dieselöljylle ja kevyelle polttoöljylle
Karhinta	Kunnossapitomenetelmä, jossa öljysorapäällyste revitään, tasoitetaan ja tiivistetään uudelleen tasaiseksi päällysteeksi
Kp.	Kiehumispiste

NExBTL	Prosessi, jolla Neste Oil tuottaa uusiutuvaa dieseliä (biofluksia)
PAB	Pehmeä asfalttibetoni, jonka sideaineina käytetään pehmeitä ja viskositeettiäluokiteltuja bitumeita sekä bitumiliuoksia ja -emulsioita
PANK (ry.)	Päällystealan neuvottelukunta ry.; Päällystealan neuvottelukunnan julkaisema tutkimusmenetelmä
PAV	Pitkäaikaisvanhentaminen; Pressure-aging vessel
Petroli	Suihkuturbiinien polttoaineena käytettävä petroli, joka sisältää aromaattisia hiilivetyjä alle 20 %
Päällyste	Ks. asfalttipäällyste
REACH-asetus	Euroopan parlamentin ja neuvoston asetus ((EY) N:o 1907/2006) kemikaalien rekisteröinnistä, arvioinnista, lupamenettelyistä ja rajoituksista
REM	Kunnossapitomenetelmä, jossa vanha päällyste ensin lämmitetään, jyrjitään sekä sekoitetaan lisäsideaineen ja –massan kanssa, minkä jälkeen uusiomassa levitetään ja tiivistetään
Reometri	Mittalaite, jolla voidaan tutkitaan materiaaliominaisuuksia, kuten viskositeettia sekä jäykkyyttä
RTFOT	Rolling thin-film oven test; bitumin vanhentamiskäsittely, joka simuloi asfalttimassan sekoituksen aikaista kovenemista
SARA-fraktiot	Saturates, Aromatics, Resins and Asphaltenes; bitumien sisältämien molekyylien liukoisuuteen perustuva jaottelu; suomeksi tyydyttyneet hiilivedyt, aromaattiset hiilivedyt, hartsit ja asfalteenit
SFS-EN	Suomen Standardisoimisliiton (SFS) vahvistama ja julkaisema EN-standardi
SHRP	Strategic Highway Research Program; Yhdysvaltojen kansallinen tietekniikan tutkimusohjelma
SIMDIST	Ks. simuloitu jakotislau
Simuloitu jakotislau	Tutkimusnäytteen yhdisteiden kvalitatiiviseen ja kvantitatiiviseen tunnistamiseen perustuva menetelmä, jossa käytetään hyväksi yhdisteiden tunnettuja kiehumispisteitä
TFOT	Thin-film oven test; bitumin vanhentamiskäsittely, joka simuloi asfalttimassan sekoituksen aikaista kovenemista
TLC-FID	Ohutlevykromatografinen menetelmä, jossa komponenttien tunnistaminen suoritetaan liekki-ionisaatiodektektorilla (Thin layer chromatography – flame ionization detector)
Varastomassa	Yleensä kiinteän tai siirrettävän asfalttiaseman läheisyyteen kasana varastoitava asfalttimassa

# 1 Johdanto

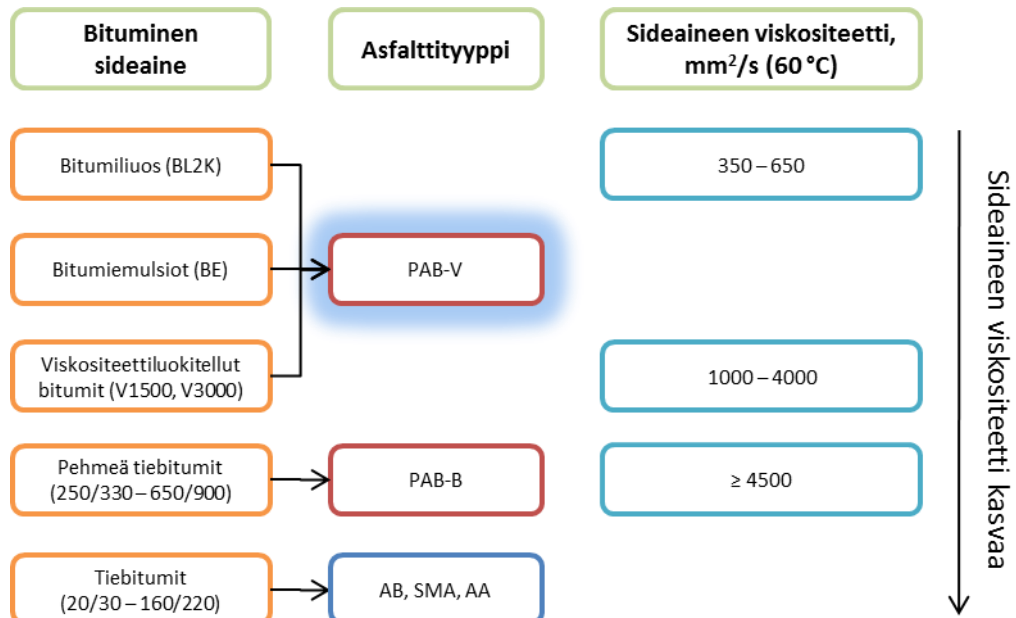
## 1.1 Työn tausta

Öljysora käytettiin teiden päällysteinä laajasti 1950-luvulta lähtien (Räme 1989), kunnes Suomi 1990-luvun alkupuolella sitoutui vähentämään haihtuvien hiilivetyjen päästöjä osana Yhdistyneiden Kansakuntien ilmastomuutosta koskevaa sopimusta (United Nations Framework Convention on Climate Change, UNFCCC). Yhtenä hiilivetypäästöjen vähentämiskeinona oli haitallisten materiaalien korvaaminen ympäristöystävällisemmillä materiaaleilla. Teiden päällysteinä ja varastomassoina käytettyjen öljysorien (valmistus noin 1 milj. tonnia / vuosi) sideaineena käytetystä bitumiliuoksesta haihtui noin 1200 kg hiilivetyä levitettyä tiekilometriä kohti, ja kaikkiaan öljysorista haihtuneet hiilivedyt muodostivat UNFCCC-sopimuksen allekirjoittamisen aikaan noin 2 % kaikista Suomen hiilivetypäästöistä (Apilo 1996). Hiilivetypäästöjen vähentämiseksi öljysoran käytöstä päällysteenä luovuttiin. Muutoksen yhteydessä vähäliikenteisten teiden päällysteiksi kehitettiin liuottimista vapaita bitumipohjaisia pehmeitä asfalttibetoneita (PAB), mutta niiden varastointi kasoihin ei yleistynyt jäykemmästä sideaineesta seuranneen huonon työstettävyyden takia. Kehitettyjä massoja ei myöskään voi karhia levityksen jälkeen, mikä oli tunnusomaista öljysoramassoille. Karhinta ja uudelleen tiivistäminen oli edullinen tapa palauttaa öljysorapäällyste alkuperäistä vastaavaan kuntoon tai saattaa se uuden päällysteen tasauserrokseksi. Öljysoran käyttö varastomassana siis jatkuu, tosin hiilivetypäästöt ovat vähentyneet merkittävästi massan vähäisemmän valmistusmäärän (noin 90 000 tonnia / vuosi) ansiosta.

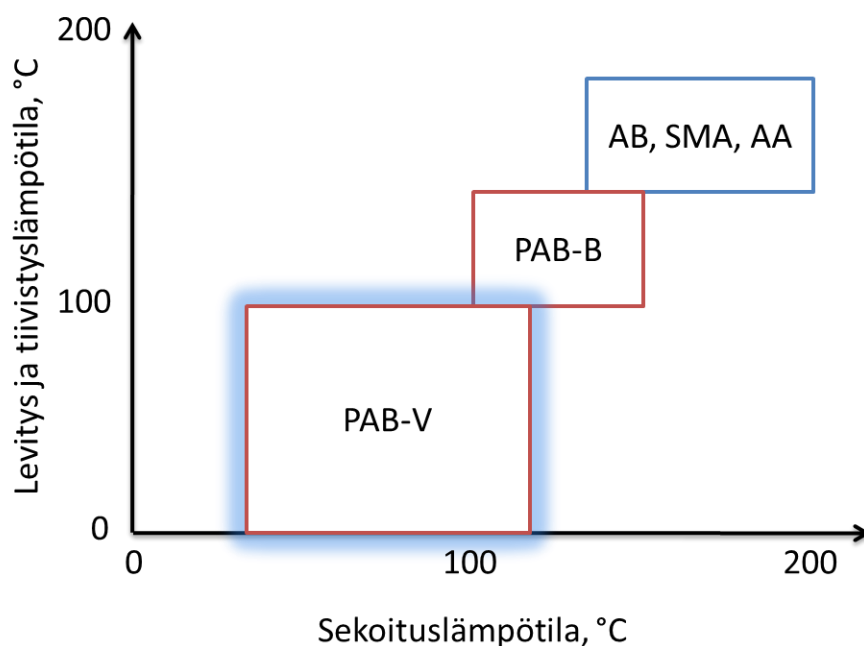
Kuvassa 1 esitetyn nykyluokituksen mukaan (Asfalttinormit 2008, (PANK ry 2007)) on pehmeistä asfalttibetonimassoissa (PAB-V) sideaineena joko BL2K-bitumiliuos, jolloin massaa kutsutaan vanhan tavan mukaan öljysoraksi, bitumiemulsio tai viskositeettiluokiteltu bitumi. Pehmeä asfalttimassa PAB-B tehdään pehmeistä tiebitumeista. BL2K:sta valmistettuja pehmeitä asfalttibetoneita valmistetaan sekä kiinteillä että siirrettävillä asfalttiasemilla, joiden asemapaikkojen läheisyydessä öljysora voidaan varastoida kasoina myöhempää käyttöä varten. Varastomassoja käytetään sekä teiden ja katujen vaurioiden paikkaamisessa että väliaikaisina päällysteinä. Varastomassoissa käytettävän bitumiliuoksen alhaisen viskositeetin ansiosta ne ovat sekoitettavia ja työstettäviä matalissakin lämpötiloissa. Myös bitumiemulsiosta voidaan valmistaa PAB-massoja matalissa lämpötiloissa bitumiliuosten tapaan, mutta niiden käyttö varastomassojen sideaineina ei ole yleistä. Viskositeettiluokitelluista bitumeista (V1500 ja V3000) ei valmisteta varastomassoja. Muut kuvassa 1 mainitut Suomessa käytetyt asfalttityypit ovat asfalttibetoni (AB), kivimastikiasfaltti (SMA) sekä avoin asfaltti (AA). Eri asfalttityyppien sijoittuminen



toisiinsa nähden sekoitus- ja käyttölämpötilan mukaan on esitetty kuvassa 2. Kuvassa 2 ei ole esitetty lämminasfaltteja (ns. warm-mix asphalts), jotka vastaavat lopullisilta ominaisuuksiltaan nykyisiä kuumamassoja (AB, SMA, AA). Lämminasfalttien sideaineen viskositeettia voidaan muokata eri lisäaineilla, jotka mahdollistavat alhaisemmat sekoitus-, levitys- ja tiivistyslämpötilat (vastaten lämpötiloiltaan PAB-B:tä kuvassa 2) ja siten vähentävät esimerkiksi energiankulutusta (Corrigan, Newcomb & Bennert 2010).



**Kuva 1: Pehmeät asfalttimassat (sininen korostus) sideaineen ja asfalttityypin perusteella suhteessa muihin Suomessa käytettyihin asfalttityyppeihin (Asfalttinormit 2008, (PANK ry 2007))**



**Kuva 2: Asfalttityyppien sijoittuminen toisiinsa nähden sekoitus- ja käyttölämpötilan mukaan**

Viime vuosina on yhä lisääntyvin määrin alettu tutkia haihtuvien hiilivetyliuottimien korvaamista ympäristöystävällisimmillä tuotteilla. Nynas Oy alkoi vuonna 2008 tutkia öljysorissa käytetyn sideaineen, BL2K:n, korvaamista ympäristöystävällisemmällä sideaineella. Kehitetty uusi tuote, Nyflow Fv 600, koostuu bitumista ja biofluksista (jatkossa biofluksattu bitumi). Tuotekehityksessä on pyritty siihen, että Nyflow Fv 600:n viskositeetti vastaa BL2K:n viskositeettia valmistuksen aikana, mutta tuotteet eroavat käytetyn liuottimen ja bitumipohjan osalta. BL2K:n liuottimet ovat petroli ja kaasuöljy (Nynas Oy 2009), joista petroli on kevyempi, ja se haihtuu bitumiliuoksesta helposti. Nopeasti haihtuvalla petrolilla varmistetaan öljysoran riittävä lujuuskehitys. Hitaammin haihtuvalla kaasuöljyllä öljysora pidetään pitkään varastoitavana ja työstettävänä. Myös muita kasviöljyistä valmistetuilla tuotteilla muokattuja bitumeita on tullut markkinoille (esim. ranskalaisen Colas S.A. bitumiyhtiön Vegeflux (Croteau, Chaignon & Strynadka 2009)), mutta niiden koostumuksesta tai ominaisuuksista ei tämän tutkimuksen aikana ollut saatavilla luotettavasti tutkittua tietoa.

Biofluksi koostuu suora- ja haaraketjuisista alkaaneista (10 – 20 hiiliatomia) (Neste Oil Oyj 2010) ja se on tislusalueeltaan petrolin ja kaasuöljyn välissä. Biofluksi valmistetaan Neste Oilin patentoimalla prosessilla (NExBTL) kasviöljyistä ja eläinrasvoista sekä vedystä (Myllyoja et al. 2007), ja sen etuja oletetaan olevan vähäisemmät haihtuvien hiilivetyjen päästöt sekä raaka-aineiden uusiutuvuus.

Lähtökohtana Nyflow Fv 600:n tuotekehityksessä oli valmistaa PAB-varastomassoissa BL2K:n korvaava sideaine, joten ohjeelliseksi alkuviskositeetiksi oli valittu kokemusperäisesti 600 mm<sup>2</sup>/s. Tämä saavutettiin käyttämällä pehmeää V1500-bitumia,

johon on lisätty 5 – 7 % biofluksia. Alustavien laboratoriotutkimusten perusteella sideaineesta tehtiin PAB-massoja koeluonteisesti syksyllä 2008 (Pellinen, Valtonen & Blomberg 2010) ja biofluksatusta bitumista valmistettua pehmeää asfalttibetonia alettiin kutsua bioöljysoraksi. Hyvien kokemusten pohjalta kiinnostus bioöljysoraa kohtaan kasvoi, mistä syntyi tarve arvioida koostumuksiltaan erilaisten biofluksattujen bitumien ominaisuuksia ja niiden käyttömahdollisuuksia varastoon valmistettavissa pehmeissä asfalttimassoissa.

## **1.2 Tutkimusongelma**

Vaikka kokemukset biofluksatuista bitumeista ovat olleet kannustavia, ei sideaineen ominaisuuksia ja niiden muutoksia vanhenemisen myötä tunneta. Koska tuotekehitys rajoittui vain yhden bitumilaadun käyttöön, ei vaihtoehtoisia koostumuksia ole myöskään tutkittu kattavasti. Tämän tutkimuksen keskeiseksi kysymykseksi muodostui siten:

- Miten biofluksattujen bitumien koostumus vaikuttaa niiden soveltuvuuteen PAB-varastomassojen sideaineiksi?

Kun tutkitaan tuotteen soveltuvuutta johonkin tarkoitukseen, täytyy soveltuvuuden ratkaisemiseksi olla määritettyinä tarkasteltavat ominaisuudet ja asettaa niille vaatimukset, jotka tuotteen tulee täyttää. Osa näistä vaatimuksista on ensisijaisia tai ehdottomia, eikä niistä voi soveltuvuuden näkökulmasta tinkiä. Toisaalta osa vaatimuksista on toissijaisia tai ehdollisia, joiden perusteella tuotteita voidaan asettaa keskinäiseen järjestykseen. Toissijaisten vaatimusten perusteella tuotetta ei voi arvioida soveltumattomaksi. Tutkimusongelmaa lähestytään siksi PAB-varastomassojen eri ominaisuuksille asetettavien vaatimusten avulla. Vaatimuksia voidaan asettaa raaka-aineille (sideaine, kiviaines, lisäaineet) sekä tiivistämättömälle tai tiivistetylle asfalttimassalle. Biofluksattujen bitumien soveltuvuutta PAB-varastomassoihin voidaan siten arvioida sideaineen, massan ja päällysteen näkökulmista niiden ominaisuuksien sekä vaatimusten perusteella.

## **1.3 Tavoite**

Tutkimuksen päätavoite oli biofluksattujen bitumien käyttömahdollisuuksien arvioiminen PAB-varastomassoissa. Tavoitteen saavuttamiseksi tutkimus jaettiin viiteen osatavoitteeseen, jotka olivat:

1. Määrittää PAB-varastomassoille asetettavat ensisijaiset vaatimukset
2. Selvittää koostumuksen vaikutus biofluksattujen bitumien ominaisuuksiin
3. Selvittää biofluksattujen bitumien koostumuksen vaikutus niistä valmistettujen massojen ja koekappaleiden ominaisuuksiin

4. Saada tietoa bioöljysoran ja sen sideaineen ominaisuuksien muutoksista vanhenemisen myötä varastokasasta ja koeteiltä otetuista näytteistä
5. Tunnistaa jo rakennettujen bioöljysorakoeteiden mahdolliset ongelmat

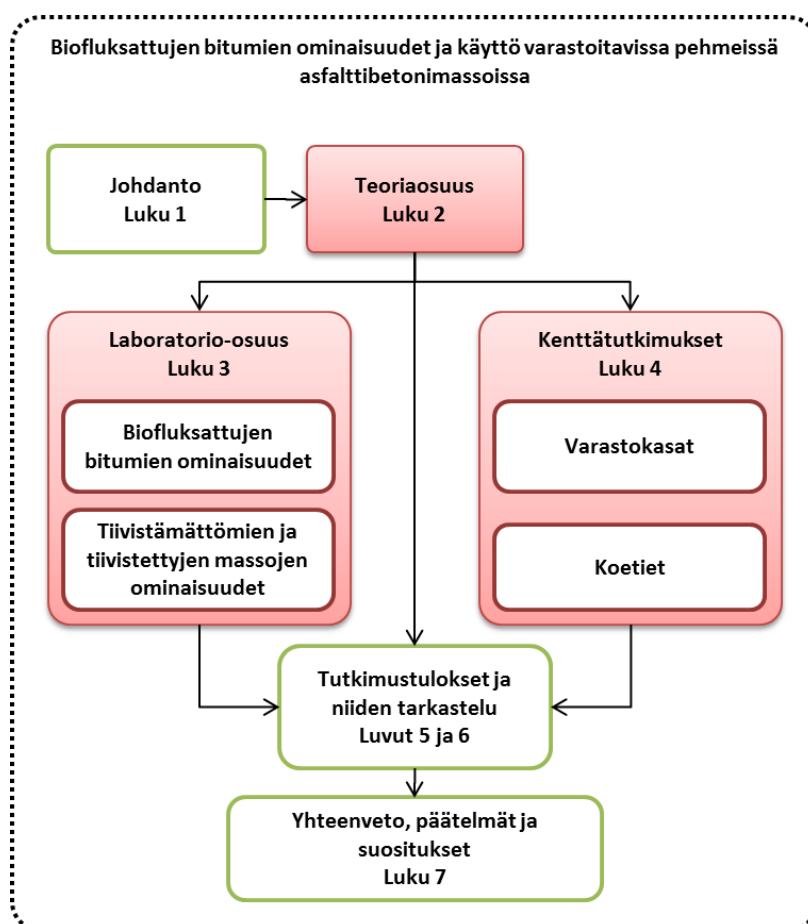
Kirjallisuustutkimuksella selvitettiin aluksi mitä vaatimuksia varastomassoille tulisi asettaa. Näitä vaatimuksia käytettiin myös arvioitaessa biofluksattujen bitumien soveltuvuutta PAB-varastomassojen sideaineiksi. Koostumukseltaan erilaisia biofluksattuja bitumeita verrataan keskenään toisen osatavoitteen tuloksien perusteella. Kolmannen osatavoitteen tuloksia käytetään arvioitaessa biofluksattujen bitumien koostumuksen vaikutusta niistä valmistettujen tiivistämättömien ja tiivistettyjen massojen ominaisuuksiin. Osatavoitteiden 4 ja 5 perusteella arvioidaan bioöljysoran ominaisuuksien ja koostumuksen muutoksia pitkällä aikavälillä ja tunnistaa mahdollisia ongelmia päällystekäytössä.

## **1.4 Työn rakenne ja rajaus**

### ***Rakenne***

Tämä diplomityö koostuu teoriaosuudesta ja kokeellisista tutkimuksista, joka sisältää sekä laboratorio- että kenttätutkimusosuuden (Kuva 3). Teoriaosuus on kokeellisten tutkimuksien tiedollinen pohja, ja sen on tarkoitus tarjota lukijalle taustatietoa PAB-varastomassojen ja niissä käytettävien sideaineiden ominaisuuksista ja tutkimusmenetelmistä. PAB-massoja ja sideaineita käsitellään luvussa 2. Kokeelliset tutkimukset käsitellään luvuissa 3 ja 4.

Laboratorio-osuudessa verrattiin koostumukseltaan erilaisten biofluksattujen bitumien (bitumiliuosten) ominaisuuksia sekä selvitettiin käytettyjen raaka-aineiden ominaisuuksia. Lisäksi tutkittiin tiivistämättömien ja tiivistettyjen massojen ominaisuuksissa sekä tuoreina että vanhennettuina. Tiivistettyjen massojen ominaisuuksia tutkittiin kiertotiivistimellä valmistetuista koekappaleista. Kenttätutkimukset ovat seurantatutkimuksia, joissa tutkittiin vuonna 2009 joulukuussa tehtyjä asemasekoitteisia kasoina varastoituja massoja sekä vuonna 2008 rakennettuja koeteitä. Varastokasoista sekä koeteiltä otettiin näytteitä laboratoriotutkimuksia varten. Koeteiden kunto myös tarkastettiin silmämääräisesti kahtena ajankohtana tutkimuksen aikana. Kenttätutkimusten tuloksia käytettiin vertailukohtana arvioitaessa laboratorio-osuuden tuloksia. Kenttätutkimuksiin sisältyneet koetiekatselmukset antoivat tietoa bioöljysoran toimivuudesta päällysteinä, ja ne ovat siksi tärkeä osa tutkimusta. Laboratorio-osuuden ja kenttätutkimusten tulokset esitetään luvussa 5 ja tuloksia tarkastellaan luvussa 6. Luvussa 7 on tutkimuksen yhteenveto sekä tehdään lopulliset päätelmät ja annetaan jatkosuosituksia.



**Kuva 3: Tutkimuksen rakenne (laboratorio-osuus ja kenttätutkimukset muodostavat tutkimuksen kokeellisen osuuden)**

### ***Rajaus***

Tässä tutkimuksessa käsitellään PAB-varastomassoja, joiden sideaineina käytetään bitumiliuoksia ja jotka voidaan varastoida kasoina. Vertailusideaineina on öljysoran sideaine BL2K sekä PAB-V-massoissa käytettävä viskositeettiluokiteltu bitumi V1500. Tutkimuksessa käytetään vain yhtä kiviainesta, eikä kiviaineksen vaikutuksia massojen tai päällysteen ominaisuuksiin tutkita. Tieviranomaisen sallii Suomessa PAB-varastomassojen käytön väliaikaisissa päällysteissä, REM-käsittelyiden lisämassana tai paikkauksissa. Tutkimuksessa arvioidaan biofluksattujen bitumien käyttömahdollisuuksia ensisijaisesti paikkausmassoissa. Biofluksatuista bitumeista valmistettuja massoja ja päällysteitä kutsutaan tässä työssä bioöljysoriksi. Tässä tutkimuksessa selvitetään biofluksin ympäristö- ja terveysvaikutuksia vain lyhyesti kirjallisuuden perusteella. Selvitys kohdistuu valmiin tuotteen välittömiin ympäristö- ja terveysvaikutuksiin, eikä biofluksin raaka-aineisiin tai itse valmistusprosessiin.

## **2 Varastoitavat pehmeät asfalttibetonit**

### **2.1 Pehmeät asfalttibetonimassat ja -päällysteet**

#### **2.1.1 Koostumus ja käyttö**

Pehmeiden asfalttibetonimassojen raaka-aineet ovat bituminen sideaine, kiviaines ja mahdolliset lisäaineet. Suomessa PAB-varastomassojen sideaineena käytetään BL2K:ta, jonka lisäksi Tiehallinnon ohjeet antavat mahdollisuuden käyttää viskositeettiluokiteltua V1500-bitumia (Tiehallinto 2002). PAB-massojen kiviaineksina suositetaan soramurskeita, joilla saavutetaan kalliomursketta paremmat työstettävyyssominaisuudet. Paikkausmassoissa käytettävien soramurskeiden maksimiraekooksi voidaan valita 6, 8, 11 tai 16 millimetriä – käsin levitettäviin massoihin 8 tai 11 millimetriä (Tiehallinto 2009). Asfalttinormeissa esitetään ohjerakeisuus vain maksimiraekooltaan 16 millimetrin PAB-massalle, ja sen sideainepitoisuus vaihtelee tyypillisesti kolmen ja neljän prosentin välillä kiviaineksen ominaisuuksien mukaan (PANK ry 2007).

Kiviaineksen ja sideaineen lisäksi PAB-massoissa käytetään yleensä tartukkeita (rasvahappopohjaisia diamiineja). Tartukkeilla parannetaan PAB-massojen kiviaineksen ja sideaineen välistä tartuntaa, ja siten sen vedenkestävyyssominaisuuksia. Tartukkeen käyttö on perusteltua, jos kiviaines on sekoituksen aikana kosteaa, sekoituslämpötilat ovat alhaisia tai sideaineen ja kiviaineksen välinen tartunta todetaan huonoksi.

Suomessa PAB-massojen käyttö voidaan jakaa tilapäiseen ja pysyvään paikkaukseen. Tilapäisiä paikkauksia PAB-massoilla tehdään asfalttibetonilla (AB) tai kivimastikiasfaltilla (SMA) päällystetyille teille, kun paikkaaminen on liikenteen kannalta välttämätöntä eikä kuumamassoja (asfalttibetoni tai valuasfaltti) ole saatavilla. Tilapäiset paikat tulisi myöhemmässä vaiheessa korvata kuumamassasta valmistetulla paikalla. Pysyvään paikkaukseen PAB-massat soveltuvat PAB- ja SOP-päällysteisille (soratienpintausta) teille. (Tiehallinto 2009) Katualueilla PAB-massoja käytetään paikkaamisen lisäksi tiettävästi kaivantojen väliaikaisina päällysteinä.

Apilo (1996) ehdotti emulsiotekniikalla valmistettuja PAB-päällysteitä käsittelevässä väitöskirjassaan V1000-sideaineen olevan tutkituista vaihtoehdoista varastomassoihin sopivin, mutta V1000-sideaineen huonon saatavuuden vuoksi Apilo päätyi suosittelemaan varastomassoihin V1500-sideainetta. V1500-sideaineesta valmistettujen PAB-varastomassojen soveltuvuutta päällysteiksi on tutkittu Tielaitoksen toimesta 1990-luvulla (Onikki, Eskola 1997). Tielaitoksen selvityksen mukaan kokemukset olivat olleet lyhyen ajan (sama kesä) varastoinnin jälkeen hyviä, mutta alhainen ulkoilman lämpötila (10 – 15 °C) oli aiheuttanut konelevityksessä epätasaista päällystettä. Pitkäaikaisen varastoinnin vaikutusta varastomassojen käytettävyyteen ei selvityksessä käsitelty.

## 2.1.2 Vaatimuksia PAB-varastomassoille

### *Yleisiä vaatimuksia ja ominaisuuksia*

PAB-varastomassoille ja niistä tiivistetyille päällysteille (mukaan lukien paikat) on käyttökohteen mukaan asetettu hieman erilaisia toiminnallisia ja muita vaatimuksia (Taulukko 1). Karkeasti vaatimukset voidaan jakaa varastomassan elinkaaren mukaisten vaiheiden mukaan: massan valmistaminen, varastointi, levitys ja tiivistys, käyttö päällysteenä sekä uusiokäyttö. Lisäksi on yleisiä vaatimuksia, joita vaaditaan kaikissa elinkaaren vaiheissa. Varastomassojen eri vaatimukset voidaan lisäksi ryhmitellä niiden tärkeyden mukaan (Taulukko 1). Ensisijaisten vaatimusten tulisi täyttyä kaikilla varastomassoilla, ja puutteet niissä estävät materiaalin käytön varastomassana (hylkäysperuste). Masojen eroja voidaan ensisijaisten vaatimusten lisäksi vertailla myös toissijaisten vaatimusten perusteella esimerkiksi kustannustehokkuuden kannalta.

**Taulukko 1: Varastomassoille asetettavia ensi- ja toissijaisia vaatimuksia (koottu ja muokattu lähteistä Kandhal ja Mellot (1981), Valtonen (1990, 1992), Apilo (1996) ja Chatterjee (2005))**

Elinkaaren vaihe	Ensisijainen vaatimus (hylkäysperuste, massojen keskinäinen vertailu)	Toissijainen vaatimus (massojen keskinäinen vertailu)
Valmistaminen	Kylmänä tai lämpimänä sekoitettava	-
Varastointi	Vedenkestävyys, sideaineen tartuntakyvyn säilyvyys	Varastointiaika, työstettävyyden säilyvyys
Levitys ja tiivistys	Sideaineen pehmeys työstettävyyden kannalta	Tiivistettävyyys, tarttuvuus
Käyttö päällysteenä	Stabiliteetti / kestävyys, vedenkestävyys	Muovautuva ja itsekorjautuva, riittävä kitka, kylmäkestävyys
Uusiokäyttö (karhinta, REM)	Muokattavuus	-
Yleiset vaatimukset	Vaaraton ympäristölle ja terveydelle	Haitaton ympäristölle ja terveydelle, alhaiset valmistuskustannukset

Useat PAB-massoilta ja -päällysteiltä toivotut ominaisuudet asettavat materiaalivalinnoille vastakkaisia vaatimuksia. Varastomassan levityksen ja tiivistyksen jälkeen sen ominaisuuksien toivotaan olevan osin juuri päinvastaiset kuin ennen levitystä ja tiivistystä. Vastaavasti uusiokäytön yhteydessä varastomassasta tehdyn päällysteen ominaisuuksien tulisi jälleen olla lähellä alkuperäisiä ominaisuuksia siten,

että uusiokäyttö olisi ylipäättään mahdollista. Paikkaukseen käytettävien PAB-varastomassojen osalta ensisijaisiksi vaatimuksiksi voidaan asettaa:

1. Sekoitettavissa kylmänä tai lämpimänä (valmistus)
2. Työstettävyys (levitys ja tiivistys)
3. Riittävä stabiliteetti (käyttö päällysteenä)
4. Vedenkestävyys (varastointi ja käyttö päällysteenä)
5. Vaaraton ympäristölle ja terveydelle (materiaalivalinnat)

Materiaalivalinnoilla ja suhteituksella vaikutetaan asfalttimassan ja -päällysteen vaatimustenmukaisuuteen. Anderson et al. (1988) listasivat tutkimusraportissaan materiaalivalintojen ja suhteituksen vaikutuksia varastoitavien ja kylminä käytettävien asfalttimassojen ominaisuuksiin (Taulukko 2). Sideaineen jäykkyys on keskeisessä asemassa varastoitavien massojen suunnittelussa, minkä takia sideaineiden ominaisuudet ja niiden muuttuminen vanhenemisen myötä tulee tuntea tarkkaan.



**Taulukko 2: Kylmämassojen materiaalivalintojen ja suunnittelun vaikutukset massojen ominaisuuksiin (muokattu lähteestä Anderson et al. (1988))**

Suunnittelun näkökohta	Vaikutus massaan (tiivistämätön / tiivistetty)
Sideaineen jäykkyys (valmistuksen, varastoinnin, levityksen ja tiivistyksen aikana)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Liian jäykkä <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Huono peittoaste sekoituksen jälkeen</li> <li>○ Vaikea levittää ja tiivistää (huono työstettävyys)</li> </ul> </li> <li>• Liian pehmeä <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Sideaineen valuminen varastokasassa</li> <li>○ Sideaineen irtoaminen veden vaikutuksesta</li> <li>○ Massan liikkuminen tiivistämisen aikana</li> </ul> </li> </ul>
Sideaineen jäykkyys (käytön aikana päällysteessä)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Liian pehmeä <ul style="list-style-type: none"> <li>○ Kiihdyttää vedestä aiheutuvien vaurioiden syntymistä</li> <li>○ Altistaa urautumiselle</li> <li>○ Voi aiheuttaa pintaannousua ja johtaa huonoon päällysteen kitkaan</li> </ul> </li> <li>• Täytyy kasvaa nopeasti riittävän stabiliteetin saavuttamiseksi</li> <li>• Suuri lämpötilaherkkyys aiheuttaa päällysteen pehmenemistä ja urautumista kesällä</li> </ul>
Sideainepitoisuus	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Maksimoidaan työstettävyuden parantamiseksi</li> <li>• Suuret pitoisuudet voivat aiheuttaa sideaineen valumista varastokasoissa, pintaannousua (huono kitka) ja urautumista</li> <li>• Alhainen sideainepitoisuus johtaa huonoon stabiliteettiin</li> </ul>
Tartuke	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Oikea tyyppi ja määrä saattavat vähentää vedestä aiheutuvia vaurioita</li> </ul>
Kiviaineksen muoto ja pintaominaisuudet	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Kulmikas ja murtopintainen kiviaines estää urautumista, mutta heikentää työstettävyyttä</li> <li>• Pyöreä ja sileäpintainen kiviaines parantaa työstettävyyttä, mutta altistaa urautumiselle</li> </ul>
Kiviaineksen rakeisuus	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Hienoaineksen osuuden pienentäminen parantaa työstettävyyttä</li> <li>• Suuret hienoainespitoisuudet voivat tehdä massasta hankalasti käsiteltävän</li> <li>• Karkeat massat (&gt; 12,7 mm) ovat vaikeasti työstettäviä</li> <li>• Avoimet massat parantavat lujuuden kehitystä, mutta ovat alttiita veden vaikutukselle</li> <li>• Tiiviit massat ovat stabiileimpia</li> <li>• Likainen kiviaines voi lisätä kosteusvaurioita</li> <li>• Liian tiiviiksi suhteitettu massa voi johtaa pintaannousuihin, ohueen sideainekalvoon ja vaikeasti työstettävään kuivaan massaan</li> <li>• Avoimet tai puoliavoimet suhteitukset eivät välttämättä kestä jäädytys-sulatus-rasitusta</li> </ul>

### ***Ensisijaisten vaatimusten mukaisten ominaisuuksien tutkiminen***

Osa varastomassoille asetettavista vaatimuksista on osoittautunut hankalasti tutkittaviksi, eikä laboratoriotutkimusten ja toiminnallisten ominaisuuksien välille ole aina löytynyt selkeää yhteyttä. Hankalaksi testattavaksi on osoittautunut esimerkiksi työstettävyys, jolle on olemassa hyvin monia subjektiivisia testimenetelmiä.

Vaarattomuus ympäristölle ja terveydelle on tavallisesti viranomaisten esimerkiksi tienrakennusmateriaaleille asettama vaatimus. Paikalliset lait, asetukset tai määräykset rajoittavat materiaalien käyttöä ja käsittelyä siten, ettei ympäristölle tai terveydelle aiheudu suurta riskiä. Ympäristöhaittoja siedetään sen sijaan hieman paremmin, siksi öljysora jäi varastomassakäyttöön myös päällystekäytön kieltämisen jälkeen. Ympäristö- ja terveysvaikutuksia voidaan arvioida tuotteiden sisältämien ainesosien perusteella, kun näiden haitallisuus tai vaarallisuus on arvioitu tuotteiden markkinoille saattamisen yhteydessä. Kemikaalit luokitellaan laboratoriokokeiden ja REACH-asetuksessa (1.12.2010 lähtien CLP-asetus) määritettyjen raja-arvojen mukaisesti (EU 2006, 2008).

Pehmeiden varastoitavien asfalttibetonimassojen tulee olla sekoitettavissa kylminä tai lämpiminä, koska PAB-varastomassoja valmistetaan kuuma-asemien lisäksi siirrettävillä turboasemilla (ks. Kuva 2). Turboasemilla kiviaineksen lämmitys perustuu vesihöyryn (jopa 500 °C) käyttöön. Turboasemilla saavutettavat sekoituslämpötilat ovat 40 – 80 °C (Onikki, Eskola 1997), mikä ohjaa turboasemilla käytettävien sideaineiden valintaa. Sopiva sideaineen sekoitusviskositeetti on 150 – 200 mm<sup>2</sup>/s, joka BL2K:lla saavutetaan noin 75 – 85 °C lämpötilassa. Turboasemilla valmistetaan asfalttimassoja hieman suosituslämpötiloja alhaisimmissa lämpötiloissa BL2K:n lisäksi V1500- ja V3000-sideaineista, joille alhaisimmat sekoituslämpötilat Asfalttinormien mukaan ovat 40 ja 50 °C (suosituslämpötilat 90 ja 110 °C) (PANK ry 2007). Turboasemilla sekoituslämpötilat voivat olla alempia, koska kiviaineksen sisältämä vesi toimii sekoituksen aikana voiteluaineena ja parantaa siten sekoituksessa saavutettavaa peittoastetta (Räme 1989). Sekoitus kylmänä tai lämpiminä ei siten ole ongelma sideaineilla, joiden alkuviskositeetti on riittävän alhainen (kylmänä alle 600 ja lämpiminä alle 3000 mm<sup>2</sup>/s 60 °C:ssa). Kuuma-aseilla riittävän korkean sekoituslämpötilan saavuttaminen ei muodostu ongelmaksi.

PAB-varastomassojen työstettävyyden tutkimiseksi ei ole olemassa laajasti käytössä olevaa menetelmää. Asfalttibetonien työstettävyys käsitetään levitettävyytenä ja tiivistettävyytenä, mutta PAB-varastomassojen tapauksessa korostuu työstettävyys varastoinnin jälkeen. Kylmänä käytettävien paikkausmassojen työstettävyyden tutkimismenetelmiä on pyritty kehittämään viime vuosina, koska monet käytetyt menetelmät perustuvat edelleen ammattitaitoisten työntekijöiden subjektiivisiin arvioihin, vaikka myös jonkin ominaisuuden mittaamiseen perustuvia menetelmiä on olemassa. Asfalttibetoneille on Suomessa käytetty betonin työstettävyyskokeesta

(Nairin koe) kehitettyä PK-koetta (PANK-4116), mutta se on osoittautunut öljysorille soveltumattomaksi (Tarna 1990). Chatterjee et al. (2005) esittelivät vuoden 2006 TRB:n (Transportation Research Board) konferenssissa paikkausmassoille kehitettyä yksinkertaista koetta, jossa mitattiin sylinterin muotoon tiivistetyn paikkausmassan omasta painosta johtuvaan murtumiseen kuluva aikaa. Testimenetelmä on PK-kokeen kanssa samankaltainen, mutta PK-kokeessa näytettä häiritään kokeen aikana ja lopuksi mitataan massan leviämä eikä leviämiseen kulunutta aikaa. Chatterjeen et al. esittämä menetelmä sisälsi erillisen murtuneen näytteen levitykseen liittyvän aikamittauksen.

Kanadan Ontariossa on käytössä levyvastuskoe (Ontario Ministry of Transportation 1996a), jossa kevyesti tiivistettyyn asfalttimassaan työnnetään ohutta metallilevyä. Levyvastuskokeessa mitataan levyn tunkeutumista (50 mm/min.) vastustavan voiman maksimiarvo, joka työstettäväksi hyväksytyllä massalla (OPSS 2007) saa olla korkeintaan 2 kN -10 °C:ssa (Kuva 4). Levyvastuskokeessa simuloidaan työväliseen – lapion tai kuormaimen kauhan – tunkeutumista varastoituihin massaan. ASTM:n standardi D6704 paikkausmassojen työstettävyydestä (ASTM 2001) on samankaltainen, ja siinä on esitetty myös levyvastukseen perustuvia arvioita massoille soveltuvista käyttölämpötiloista (ympäristön lämpötila).

**Taulukko 3: Asfalttimassojen käyttölämpötiloja levyvastuskokeen perusteella arvioituna (-10 °C) (ASTM 2001)**

Levyvastuskokeen tulos	Käyttölämpötila (ympäristön lämpötila)
<i>N</i>	°C
225 – 500	-22 – -1
501 – 1000	-12 – 10
1001 – 2000	-1 – 21
2001 – 4000	10 – 23
4001 – 8000	21 – 43

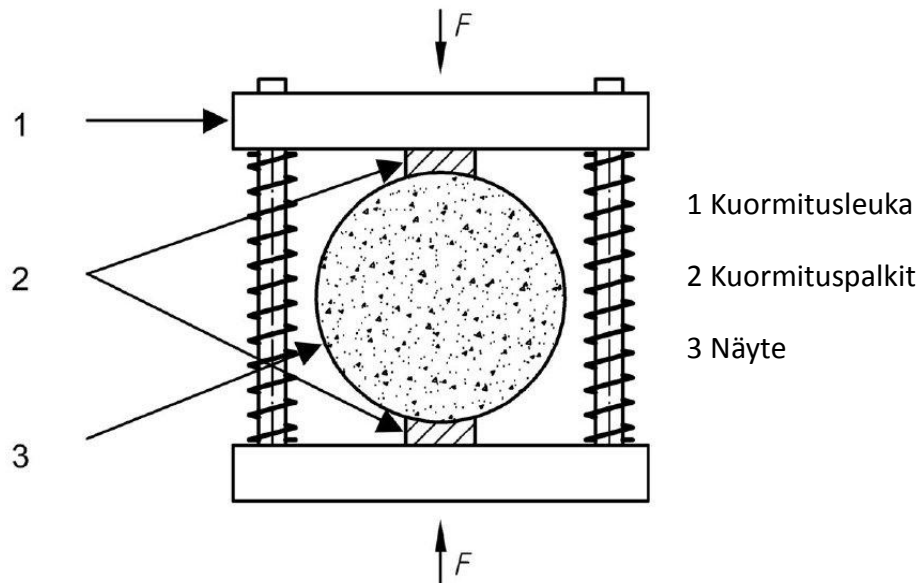
Subjekttiivinen työstettävyyden arviointi sisältyy esimerkiksi edellä esitettyyn Chatterjeen et al. kehittämään testiin. Kandhalin (2008) uudehko paikkaamista ja paikkausmassoja käsittelevä raportti sisältää työstettävyyden osalta vain subjektiivisen arvioinnin.



**Kuva 4: Työstettävyyden tutkimiseksi käytetty levyvastuskoe (Ontario Ministry of Transportation 1996a)**

PAB-massojen stabiliteetin tutkimiseksi on perinteisesti käytetty halkaisuvetokoetta (Kuva 5). Halkaisuvetokokeessa sylinterin muotoista koekappaletta kuormitetaan vakionmuodonmuutoksella (50 mm/min.) ja mitataan murtovoima. Murtovoiman ja kappaleen geometrian perusteella lasketaan halkaisuvetolujuus. Valtonen (1993) esitti öljysoran tutkimusmenetelmien kehittämistä käsittelevässä väitöskirjassaan, että halkaisuvetolujuudella voidaan arvioida öljysoramassojen soveltuvuutta päällysteiksi. Valtosen mukaan halkaisuvetokokeella saadaan tietoa eri massojen alkustabiliteeteista ja vanhenneista koekappaleista stabiliteetin kasvusta. Liiallinen halkaisuvetolujuuden kasvu heikensi öljysorien uudelleenkäyttömahdollisuuksia. Pieni alkustabiliteetti ja alhainen stabiliteetin kasvu mainittiin mahdolliseksi deformaatio- ja vaurio-ongelmien aiheuttajaksi. Apilo (1996) käytti halkaisuvetokoetta emulsiotekniikalla valmistettujen PAB-päällysteiden stabiliteetin arvioimiseksi, mutta toisin kuin Valtonen Apilo ei esittänyt halkaisuvetolujuuden käyttämistä suhteituksen apuna. Halkaisuvetolujuudella katsotaan olevan yhteys päällysten lujuuteen, kiinteyteen ja koossapysyvyyteen, joiden ominaisuuksien kehittymistä eri-ikäisillä koekappaleilla saadaan helposti seurattua. Halkaisuvetolujuuksille on esitetty tutkimusten yhteydessä minimiarvoja (Taulukko 4),

mutta virallisia vaatimuksia lujuudelle ei ole. Halkaisuvetolujuuden tutkiminen sopineekin parhaiten vaihtoehtoisten massojen stabiliteetin ja sen kehityksen keskinäiseen vertailuun.



Kuva 5: Koeasetelma halkaisuvetolujuuskokeessa (Suomen Standardisoimisliitto SFS 2004b)

Taulukko 4: Suosituksia koekappaleiden halkaisuvetolujuuksille yhden vuorokauden ikäisistä näytteistä määritettyinä (V-tuotteet Apilo (1996), BÖ-2 Valtonen (1993), kuormitusnopeus 50 mm / min.)

Päällysteen sideaine	Vaatus	Testilämpötila
	<i>kPa</i>	<i>°C</i>
V1000 (emulgoitu)	> 30	5
V1500 (emulgoitu)	> 50	5
V3000 (emulgoitu)	> 70	5
BÖ-2 *	> 35	5

\* Vastaa nykyistä BL2K:ta

Stabiliteettia tutkitaan myös koekappaleiden koheesion avulla. Valtosen (1993) öljysorakappaleille käyttämä koheesiometri (taivutukseen perustuva) tuotti suuren hajonnan, eikä tuloksista voinut päätellä eroja massojen välillä. Varastomassojen koheesiota on tutkittu myös kuluttamalla koekappaleita 19 millimetrin verkkoseulalla kallistamalla seulaa edestakaisin 20 kertaa 20 sekunnissa, ja määrittämällä verkkoseulalle jääneen massan suhteellinen osuus alkuperäisestä näytteestä (Ontario

Ministry of Transportation 1996b). Verkkoseula jäljittelee edellä mainitussa testissä liikenteen aiheuttamaa kulutusta. Zaniewski ja Srinivasan (2003) päätyivät halkaisuvetolujuuden ja urautumisen yhteyttä tutkiessaan tulokseen, jonka mukaan halkaisuvetolujuus kertoo päällysteen koheesiosta eli siitä, kuinka hyvin bituminen sideaine sitoo kivirakeet yhteen (kuormitusnopeus 50 mm/min., testilämpötila 60 °C).

Pehmeissä asfalttibetoneissa ja öljysorissa käytetty kiviaines ei ole välttämättä kuivaa. Märkä tai kostea kiviaines heikentää bitumin ja kiviaineksen välistä tartuntaa, mikä saattaa johtaa epäonnistuneeseen päällysteeseen. Kiviaineksen ja bitumin välistä tartuntaa voidaan tutkia altistamalla PAB-massa veden vaikutukselle. Menetelmät perustuvat usein joko peittoasteen visuaaliseen (esimerkiksi rullapullokoee (Suomen Standardisoimisliitto SFS 2004a)) arviointiin tai massasta irronneen aineksen punnitsemiseen (esimerkiksi MYR-koee (Suomen Standardisoimisliitto SFS 2009)). Heikon tartunnan syyksi on esitetty bitumin ja kiviaineksen huonoa yhteensopivuutta sekä hienoaineksen ominaisuuksia. Yhteensopivuus palautuu bitumin ja kiviaineksen fysikaalisiin ominaisuuksiin (bitumin ja kiviaineksen happamuus tai emäksisyys). Hienoaineksen suuri ominaispinta-ala ja veden adsorptiokyky (hydrofiilisyyys) lisää huonon tartunnan mahdollisuutta. Kun tartuntaa parannetaan diamiineilla, voidaan riittävä tartukkeen määrä arvioida vedenkestävyyskokeilla. Asfalttinormeissa PAB-massojen vedenkestävyydelle on määritetty MYR-kokeeseen perustuva raja-arvo. Hienoaineksen vedenadsorptiokyvylle ja ominaispinta-alalle on Asfalttinormeissa ohjearvot. (Apilo, Eskola 1998)

### **2.1.3 Suunnittelu**

PAB-varastomassojen suunnittelua ohjeistetaan Tiehallinnon (nykyinen Liikennevirasto) julkaisuissa PAB-V-päällysteiden suunnittelu (Apilo, Eskola 1998), Päällysteiden paikkaus (Tiehallinto 2009), Tienrakennustöiden yleiset laatuvaatimukset ja työselitykset (Tiehallinto 2002) sekä Päällystealan neuvottelukunnan julkaisussa Asfalttinormit 2008 (PANK ry 2007).

Koska PAB-varastomassojen sideaine ja kiviaineksen rakeisuuskäyrän muoto on edellä mainituissa ohjeissa määrätty, koostuu niiden suunnittelu tilavuussuhteiden määrittämisestä ja vedenkestävyyden tutkimisesta. Tilavuussuhteiden määrittämiseen tarvitaan lähtötietoina tiivistetyn kiviaineksen tyhjätila sekä tavoiteltava täyttöaste. Kiviaineksen tyhjätila voidaan määrittää joko koekappaleista tai hienoaineksen tyhjätilasta ja kiviaineksen rakeisuudesta laskemalla (Hudson, Davis 1965). Optimisideainepitoisuus saavutetaan 42 – 45 % täyttöasteella. (Apilo, Eskola 1998) Asfalttinormien (PANK ry 2007) ohjeelliset arvot tilavuussuhteille on esitetty taulukossa 5 ja hienoainekselle esitetyt suositukset ovat taulukossa 6. Asfalttinormien mukaan PAB-massojen vedenkestävyys arvioidaan MYR-kokeella, jossa massasta ei saa irrota 2,0 grammaa enempää materiaalia. PAB-V-päällysteiden suunnitteluohjeen (Apilo,

Eskola 1998) mukaan massat voidaan jakaa vedenkestävyyden perustella kolmeen ryhmään (Taulukko 7).

**Taulukko 5: PAB-V-massojen ohjeelliset tilavuussuhteet (Asfalttinormit 2008 (PANK ry 2007))**

Tyhjätila	Kiviaineksen tyhjätila	Täyttöaste
%	%	%
10 – 14	16 – 21	42 – 45

**Taulukko 6: PAB-massoissa käytettävästä hienoaineksesta määritettävät ominaisuudet ja suositukset (Asfalttinormit 2008 (PANK ry 2007))**

	Tyhjätila	Ominaispinta-ala	Veden adsorptio
	%	m <sup>2</sup> /g	mg/ m <sup>2</sup>
Vaatusus	28 – 45	1,0 – 5,0	≤ 10
Menetelmä	SFS-EN 1097-4	PANK 2401 / PANK 2402	PANK 2108

**Taulukko 7: PAB-massan vedenkestävyyden arviointi MYR-arvon mukaan (Apilo, Eskola 1998)**

MYR-arvo, g	0,0 – 0,5	0,6 – 2,0	≥ 2,1
Vedenkestävyys	Hyvä	Tyydyttävä	Huono

## 2.2 Bitumiliuoksista

### 2.2.1 Koostumus, käyttö ja luokitus

Sideaineen ominaisuuksilla on keskeinen vaikutus asfalttimassojen ja -päällysteiden ominaisuuksiin (Shell Bitumen U.K. 1990). Edellä (luku 2.1.2) todettiin sideaineen ominaisuuksien vaikuttavan ratkaisevasti myös kylminä käytettävien paikkausmassojen ominaisuuksiin. Tässä luvussa käydään läpi PAB-varastomassoissa käytettävien bitumiliuosten ominaisuuksia.

Bitumiliuokset ovat bitumista ja yleensä haihtuvasta liuottimesta koostuvia sideaineita. Niiden koostumus, rakenne ja fysikaaliset ominaisuudet vastaavat tavanomaisia bitumeita. Bitumiliuoksissa käytettävillä liuottimilla on kaksi perusominaisuutta. Ensinnäkin liuotin alentaa pohjana käytettävän bitumin viskositeettia, joten sitä voidaan käyttää alhaisemmissa lämpötiloissa (valmistus, levitys ja tiivistys). Toiseksi liuotin haihtuu bitumiliuoksesta ajan kuluessa, mikä nostaa bitumiliuoksen viskositeettia kohti alkuperäistä tasoa ja sitä kautta siitä valmistetun päällysteen lujuutta ja jäykkyyttä. Liuotinta kutsutaan myös fluksiksi – erityisesti, jos se on heikosti

haihtuva. Kahdesta komponentista koostuvan bitumisen sideaineen viskositeetti voidaan laskea komponenttien suhteellisista osuuksista ja viskositeeteista kaavalla 1 (Blomberg 1990).

$$\log(\log(\eta_{12})) = x \times \log(\log(\eta_1)) + (1 - x) \times \log(\log(\eta_2)), \quad (1)$$

missä  $\eta_1$  ja  $\eta_2$  ovat komponenttien 1 ja 2 viskositeetit ( $\text{mm}^2/\text{s}$ ),  $\eta_{12}$  muodostuneen seoksen viskositeetti ( $\text{mm}^2/\text{s}$ ) ja  $x$  komponentin 1 osuus seoksesta.

Bitumiliuosten haihtuvina liuottimina käytetään maaöljyn tislauustuotteita. Liuotin voidaan koostaa useasta eri komponentista, jolloin voidaan vaikuttaa erikseen lyhyen (nopeasti haihtuvat yhdisteet) ja pitkän (hitaasti haihtuvat yhdisteet) ajan haihtumisominaisuuksiin, tai vain yhdestä komponentista. Liuottimen haihtumisominaisuudet riippuvat sen tislausalueesta. Bitumiliuokset jaetaan ryhmiin niiden alkuviskositeetin, liuottimien haihtumisnopeuden ja loppuviskositeetin mukaan. Bitumiliuokset jaetaan yleensä kolmeen luokkaan liuottimen haihtumisnopeuden mukaisesti: hidas (slow curing – SC), keskinopea (medium curing – MC) ja nopea (rapid curing – RC) (Garber, Hoel 1988). Liuottimen laadun lisäksi bitumipohjaa ja liuotinmäärää vaihtelemalla vaikutetaan bitumiliuoksen ominaisuuksiin. Suomessa PAB-varastomassoissa käytetään vain yhtä bitumiliuosta, BL2K:ta. Vuoden 2008 Asfalttinormeissa mainitut kaksi muuta bitumiliuosta soveltuvat uuden päällystelaatan liimaukseen (BL0 – nopeasti haihtuva) ja pintaauksiin (BL5 – nopeasti haihtuva). Ominaisuuksiltaan BL2K on hitaasti haihtuvien SC-250- ja SC-800-bitumiliuoksien kaltainen (Taulukko 8). SC-bitumiliuoksissa käytetään vain yhtä hitaasti haihtuvaa liuotinta, siksi kumpikaan, SC-250 tai SC-800, ei varsinaisesti vastaa BL2K:ta.

**Taulukko 8: BL2K:n ominaisuudet ja Asfalttinormien mukaiset vaatimukset verrattuna SC-250- ja SC-800-bitumiliuosten ominaisuuksiin**

Sideaine	Viskositeetti, 60 °C	Leimahduspiste*	Jakotislaus, kok. tisl. 360 °C:ssa	Haihdutusj. visk., 60 °C
	$\text{mm}^2/\text{s}$	°C	t-%	$\text{mm}^2/\text{s}$
BL2K	350 – 650	≥ 55	≤ 10	2000 – 6000
SC-250	250 – 500	≥ 80	4 – 20	800 – 10000
SC-800	800 – 1600	≥ 90	2 – 12	2000 – 16000
Menetelmä BL2K:lle (PANK ry 2007)	SFS-EN 12595	SFS-EN ISO 2719	SFS-EN 13358	SFS-EN 12595

\* BL2K suljettu kuppi, SC-liuokset avoin kuppi

Taulukossa mainittujen vaatimusten lisäksi bitumiliuoksista määritetään liukoisuus tolueeniin. Liukoisuuden tulee olla yhtä suuri tai suurempi kuin 99,0 massaprosenttia,



millä varmistetaan, ettei sideaine sisällä haitallisia määriä kiinteätä ainesta. Jakotislauksen yhteydessä määritetään tisleiden määrät 225, 260 ja 315 °C:een mennessä, mutta vain tisleiden kokonaismäärälle on esitetty vaatimus. Haihdutus suoritetaan menetelmän SFS-EN 14895 mukaisesti.

### **2.2.2 Bitumiliuoksen vanheneminen**

#### ***Bitumisten sideaineiden vanheneminen***

Bitumisten sideaineiden koostumus ja rakenne sekä fysikaaliset ja mekaaniset ominaisuudet muuttuvat ajan myötä (Shell Bitumen U.K. 1990). Sideaineiden elinkaari valmistuksesta siihen, kun niitä ei enää käytetä alkuperäiseen tarkoitukseen, voi olla useita kymmeniä vuosia. Sinä aikana niiden ominaisuudet muuttuvat hyvin merkittävästi. Koska mekaaniset ominaisuudet perustuvat sideaineen koostumukseen ja rakenteeseen, kannattaa vanhenemista lähestyä juuri niissä tapahtuvien muutoksien kautta. Koostumuksen ja rakenteen muutokset aiheuttavat ensisijaisesti sideaineen kovenemista, mikä johtaa lopulta jäykempään, mutta hauraampaan ja vaurioalttiimpaan päällysteeseen (Vallerga 1981). Jäykempi ja hauraampi päällyste ei mukaudu yhtä helposti ympäristön aiheuttamiin rasituksiin, minkä takia se on alttiimpi alhaisten lämpötilojen pakkashalkeamille (Bahia, Anderson 1992).

Traxler (1963) luetteli 1960-luvun alussa julkaistussa artikkelissa 15 sideaineen ominaisuuksia heikentävää tekijää, joita olivat esimerkiksi valokemialliset ja muut kemialliset reaktiot, polymerisaatio, sisäisen rakenteen kehittyminen sekä komponenttien erottuminen. Myöhemmin Petersen (1984) listasi kirjallisuustutkimuksen perusteella sideaineiden jäykkyyden kasvun kolme päätekijää:

1. Öljyisten komponenttien absorptio ja haihtuminen
2. Hapettumisen aiheuttamat muutokset koostumuksessa
3. Sisäisen rakenteen muuttuminen

Koostumuksen muutokset voidaan jakaa komponenttien erottumiseen (Petersenin kohta 1) ja niiden reaktioihin (kohta 2) perustuviin mekanismeihin. Bitumin kemiallinen koostumus muuttuu, kun öljymäiset yhdisteet absorboituvat kiviaineksen pinnan huokosiin tai kevyimmät komponentit haihtuvat ilmaan (Traxler 1963, Petersen 1984). Sideaineiden yhdisteiden hapettuminen kasvattaa niiden keskimääräisiä molekyylipainoja ja lisää sideaineen elastisuutta (Lu, Isacsson 2002, Le Guern 2010).

Bitumisten sideaineiden sisäisen rakenteen muutos on jatkuva lämpötilasta ja ajasta riippuva palautuva prosessi. Sisäisen rakenteen kehittyminen aiheutuu eri lämpötila-alueilla esiintyvistä mekanismeista. Alhaisissa lähellä alinta lasittumispistettä (ks. luku 2.3.5) olevissa lämpötiloissa korostuu vahamaisten yhdisteiden kiteytyminen (physical hardening). Selvästi alimman lasittumislämpötilan yläpuolella suurimmat molekyylit muodostavat yhä vahvempia rakenteita, mikä on edellä mainittujen vahamaisten

yhdisteiden kiteytymisen tavoin havaittavissa sideaineen jäykistymisenä (steric hardening). (Masson, Polomark & Collins 2002)

Bitumiliuosten yhteydessä jäykkyyden lisääntyminen on muista sideaineista poiketen osin jopa toivottavaa. Bitumiliuosten yhteydessä voidaankin puhua hallitusta stabiloitumisesta, sillä bitumiin lisätyn liuottimen odotetaan haihtuvan ja sideaineen jäykkyyden kasvavan tietyllä tavalla. Toisaalta liuottimen haihtuminen voi olla myös liiallista, jolloin jäykkyyden kasvu voi johtaa esimerkiksi massojen huonoon työstettävyyteen.

Bitumisten sideaineiden vanheneminen jaetaan tyypillisesti kahteen ajallisesti erotettavaan jaksoon: valmistuksenaikaiseen ja käytönaikaiseen vanhenemiseen. Valmistuksenaikainen vanheneminen käsittää sideaineessa tapahtuvat muutokset asfalttimassan valmistamisen, levittämisen ja tiivistämisen aikana. Vastaavasti käytönaikainen vanheneminen kattaa tiivistämisen jälkeisen vanhenemisen päällysteen elinkaaren loppuun saakka.

### ***Vanhenemisen tutkiminen ja vanhentamiskäsittelyt***

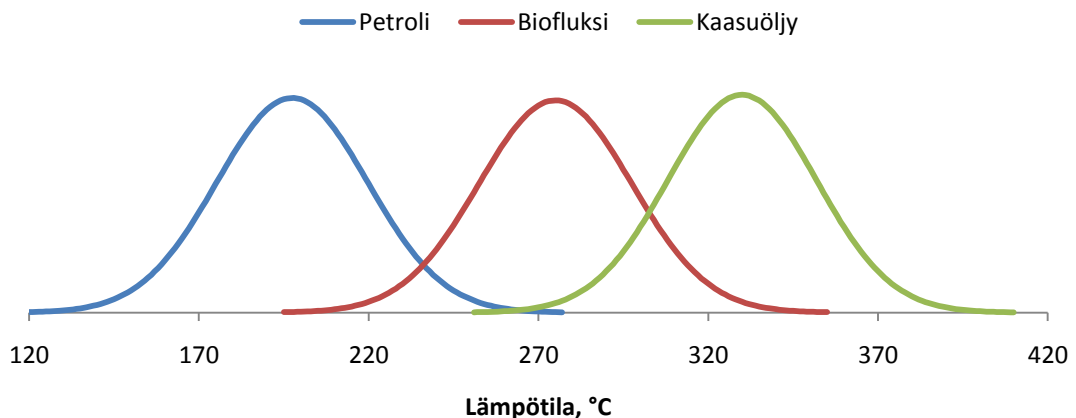
Sideaineiden vanhenemisominaisuuksien tunteminen on edellytys onnistuneelle sideainevalinnalle. Koska vanhenemisominaisuuksien tutkiminen kenttäkokeilla olisi hyvin kallista ja aikaa vievää, on niiden tutkimiseksi kehitetty erilaisia laboratorio-olosuhteisiin soveltuvia vanhentamiskäsittelyitä. Kattava esitys eri vanhentamiskäsittelyistä ja niiden taustoista on esitetty SHRP:n bitumin ja asfalttimassan vanhenemista käsittelevässä loppuraportissa SHRP-A-305 (Bell 1989). Bitumien valmistuksenaikainen vanheneminen on perinteisesti simuloitu ohuen sideainekalvon vanhentamisena haihduttamalla korotetuissa lämpötiloissa ja mahdollisesti ilmavirtaukseen yhdistettynä (RTFOT ja TFOT (Suomen Standardisoimisliitto SFS 2007b, Suomen Standardisoimisliitto SFS 2007c)). Pitkäaikaisvanhentamiseen on kehitetty painevanhentamisastia (PAV-käsittely), jolla bitumia vanhennetaan korkeassa paineessa ja korotetussa lämpötilassa (Bahia, Anderson 1995). PAV-käsittelyn korotetun paineen ja lämpötilan seurauksena sideaine hapettuu.

Bitumiliuosten ominaisuuksien muutoksia tutkitaan bitumiliuoksia koskevan tuotestandardin (SFS-EN 15322) mukaan stabiloiduista (SFS-EN 14895) ja PAV-käsitellyistä (SFS-EN 14769) näytteistä. Stabiloidusta bitumiliuoksesta on suurin osa sen sisältämistä liuottimista haihtunut. Bitumiliuosten laboratoriovanhentamisessa on siis sama lähestymistapa kuin bitumien vanhentamisessa, mutta yhteyttä standardin SFS-14895 mukaisen haihdutuksen ja stabiloinnin (ks. Taulukko 14) sekä tiellä tapahtuvan vanhenemisen välille ei kirjallisuudesta löytynyt.

### 2.2.3 Bitumiliuosten liuottimet ja niiden haihtuminen

BL2K:ssa käytetyt liuottimet ja niiden osuudet on valittu siten, että siitä valmistetun asfalttimassan lujuus kasvaa alussa nopeasti, minkä jälkeen lujuuden kasvu on hitaampaa. Lähtökohtana on riittävä lujuus liikenteen rasitukselle heti massan levittämisen jälkeen, ja toisaalta riittävän pieni lujuus pitkän ajan kuluessa massan varastoinnin sekä päällysteen hoito- ja ylläpitotoimenpiteiden kannalta. Käytännössä liuotin yhdistetään kahdesta eri tuotteesta, joiden suhdetta muuttamalla voidaan vaikuttaa lyhyen ja pitkän ajan lujuuskehitykseen. Pohjabitumia muuttamalla voidaan vaikuttaa bitumin lopulliseen jäykkyyteen ja lujuuteen. (Valtonen 1993)

BL2K:n liuottimina käytetään petroolia ja kaasuöljyä (Nynas Oy 2009), joiden haihtumisen lisäksi bitumiliuoksen ominaisuudet muuttuvat bitumipohjan vanhenemisen myötä. Biofluksattu bitumi muistuttaa jo mainittuja SC-bitumiliuoksia liuottimen osalta, sillä biofluksi on hitaasti haihtuva eikä biofluksattu bitumi sisällä muita liuottimia. Petrolin, biofluksin ja kaasuöljyn tislausalueet on suuntaa-antavasti esitetty kuvassa 6.



**Kuva 6: Karkea esitys petrolin, biofluksin ja kaasuöljyn tislausalueista**

Bitumiliuosten haihtumisominaisuuksista määrätään yleensä paikallisissa ohjeissa tai normeissa. Määrittämis menetelmänä käytetään jakotislausta (esim. SFS-EN 13358), jolla varmistetaan liuottimen haihtuminen. Toropainen (1989) arvioi kokemukseräisesti jakotislauksen ja päällysteestä tapahtuvan haihtumisen yhteyden taulukon 9 mukaiseksi. Vuoden 2008 Asfalttinormien (PANK ry 2007) mukaan BL2K:n kokonaistislemäärän 360 °C:ssa tulisi olla kymmenen tilavuusprosenttia tai alle. Vuoden 1987 normeissa BL2K:ta vastaava BÖ-2:n kokonaistislemäärä 360 °C:ssa sai olla maksimissaan 12 tilavuusprosenttia – muiltakin osin taulukon 9 määrät vastaavat vuoden 1987 Asfalttinormeja (PANK ry 1987).

**Taulukko 9: Jakotislauksen kokemusperäinen yhteys tiellä esiintyvään liuottimen haihtumiseen (Toropainen 1989)**

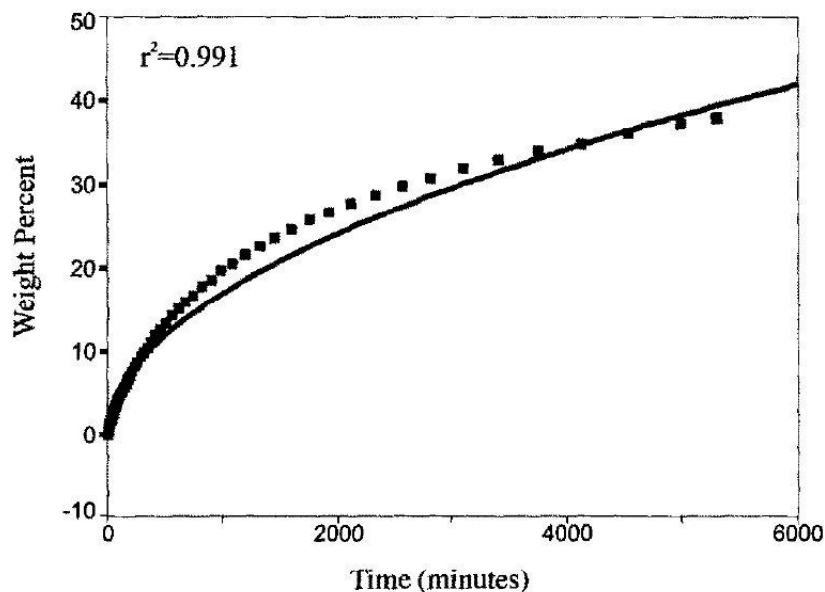
Lämpötila jakotislauksessa, °C	Vastaavuus päällysteessä	Haihtuneen liuottimen määrä	Merkitys ja huomioita
225	Öljysoramassa sekoittamisen jälkeen	Ei haihtuneita liuottimia	Työstettävyyden säilyminen
260	Öljysorapäällyste muutamana vuorokauden jälkeen	Korkeintaan yksi tilavuusprosentti	Jälkitiivistyminen, altis vaurioille
315	Öljysorapäällyste parin vuoden jälkeen	Korkeintaan kahdeksan tilavuusprosenttia	Hyvä koossapysyvyys
360	Noin 10 vuoden ikäinen öljysorapäällyste	Korkeintaan 12 tilavuusprosenttia	Päällyste kestoiän jälkeen, karhinta mahdollista

Haihtuvat hiilivetyliuottimet tekevät perinteisistä bitumiliuoksista terveydelle ja ympäristölle haitallisia tuotteita. Erillisinä tuotteina BL2K:ssa käytetyt kaasuöljy ja petroli on luokiteltu EU:n REACH-asetuksen mukaan seuraavasti: Kaasuöljy voi aiheuttaa keuhkovaurion nieltäessä (R65) sekä ihon kuivumista tai halkeilua toistuvassa altistuksessa (R66). Petroli on luokiteltu syttyväksi (R10), ihoa ärsyttäväksi (R38) ja se voi aiheuttaa keuhkovaurion (R65). Edellisten lisäksi sekä kaasuöljy että petroli on luokiteltu myrkylliseksi vesiliöille (R51/53). Haihtuvat hiilivedyt (volatile organic compounds - VOC) heikentävät myös alailmakehän ilmanlaatua tuottamalla otsonia, joka on myös kasvihuoneilmiötä edistävä yhdiste (Intergovernmental Panel on Climate Change 2001). Kevyempien hiilivetyjen (C4 – C11) vaikutus otsonin muodostumiseen on suurempi kuin raskaiden hiilivetyjen (C12 – C20) (Carter 2010). Biofluksi voi petrolin ja kaasuöljyn tavoin aiheuttaa keuhkovaurion nieltäessä (R65) (Neste Oil Oyj 2010), mutta biofluksattua bitumia Nyflow Fv 600:aa ei ole luokiteltu terveydelle eikä ympäristölle haitalliseksi (Nynas Oy 2010). Myöskään bitumiliuosten bitumipohjia ei ole luokiteltu haitalliseksi tai vaaralliseksi. Suomen lisäksi bitumiliuosten käyttö on esimerkiksi osassa Yhdysvaltoja rajoitettu tiettyihin sovelluksiin, kuten uuden päällystelaatan liimaus ja paikkausmassat.

Fingas (1997) tutki hiilivetyjen haihtumista maaöljyistä ja öljyteollisuuden tuotteista haihdutuskokeilla vaihtelevissa lämpötiloissa (pääosin 20 °C läheisyydessä). Fingas esitti yksittäisten komponenttien haihtuvan ajan suhteen lineaarisesti, mutta usean komponentin johtavan epälineaarisuuteen. Haihdutusmittauksiin Fingas sovitti potenssifunktioita, joiden perusteella hän esitti haihtuvien komponenttien määristä riippuvia eksponenttien arvoja, kuva 7a. Fingasin dieselistä saamat havainnot ja sovitettu käyrä on kuvassa 7b. Dieselille käytetty eksponentti oli 0,5 eli oheisen listan mukaan siitä haihtuisi 4 – 5 eri komponenttia.

Haihtuvien komponenttien lukumäärä ja eksponentti	
1	1
2	0,998
3	0,994
4	0,588
5	0,494
6	0,252
7	0,36
8	0,31
9	0,283
10	0,202

(a)



(b)

Kuva 7: Haihtuvien komponenttien määrästä riippuvat eksponentit (a) sekä eksponenttisovitus dieselin haihtumiselle (b) (Fingas 1997)

## 2.3 Bitumisten sideaineiden ominaisuuksia

### 2.3.1 Kemiallinen koostumus

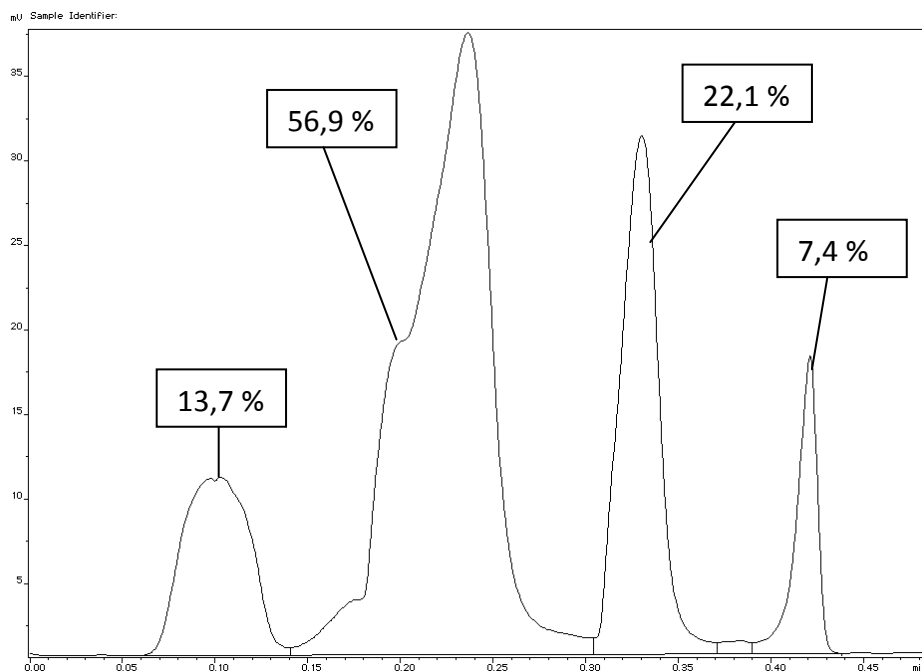
Bitumiset sideaineet muodostuvat suuresta määrästä hyvin erilaisia hiilivetyjä ja niihin liittyneistä muista alkuaineista (heteroatomit). Tyypillisessä bitumissa hiiltä on 82 – 88 %, vetyä 8 – 11 %, rikkiä 0 – 6 %, happea 0 – 1,5 % typpeä 0 – 1 % ja myös vanadiinia, nikkeliä, rautaa, magnesiumia ja kalsiumia on havaittavissa olevia pieniä määriä (Shell Bitumen U.K. 1990). Hiilivetyjen molekyylipaino bitumissa vaihtelee muutamasta kymmenestä useisiin tuhansiin. Hiilivetyketjut voivat olla suoria, haaroittuneita, rengasmaisia tai aromaattisia. Toisaalta niiden sidokset voivat olla tyydyttyneitä yksöissidoksia tai tyydyttymättömiä kaksois- ja kolmoissidoksia. Edelleen heteroatomien osuus ja laatu vaikuttavat hiilivetyjen ominaisuuksiin. Bitumin koostumus vaihtelee maaöljyn lähteen mukaan, eikä sitä siksi voi yksiselitteisesti esittää. Bitumin komponentit voidaan jakaa eri jakeisiin niiden ominaispiirteiden mukaan, siten bitumin analysointi yksinkertaistuu ja sen koostumuksesta saadaan kuitenkin hyvä kuva. (Traxler 1936, Romberg 1959, Blomberg 1990, Shell Bitumen U.K. 1990)

### 2.3.2 SARA-fraktiot

Bitumin koostumusta kuvataan usein jakamalla se jakeisiin eri menetelmin. Koska bitumin rakenteen arvioidaan perustuvan eri jakeiden liukoisuuksiin, perustuvat monet jakomenetelmät jakeiden liukoisuuseroihin (Blomberg 1990). Yleisesti käytetty

menetelmä on jakaa bitumi tyydyttyneisiin öljyihin (Saturates), aromaattisiin öljyihin (Aromatics), hartseihin (Resins) sekä asfalteeniin (Asphaltenes), joita kutsutaan yhteisesti bitumin SARA-fraktioiksi (Jewell et al. 1974). Tyydyttyneitä ja aromaattisia öljyjä sekä hartseja nimitetään malteeneiksi. Tyydyttyneet ja aromaattiset yhdisteet muodostavat bitumin öljyisen osan.

SARA-fraktiot perustuvat bitumin komponenttien erottamiseen eri liuottimilla. Ohutlevykromatografiassa (TLC) liennut fraktio erotetaan ohutlevyillä, joiden pinnoitteessa liennut aine etenee ajoliuottimen kanssa kapillaarisesti. Kun näyte on käytetty kaikissa liuottimissa, tunnistetaan eri fraktiot polttamalla ohutlevyä liekillä. Vetyliekissä ionisoitunut näyte tunnistetaan liekin jännitteen muutoksina (FID). Kuvasta 8 nähdään, että jakeiden jakaumat menevät toistensa kanssa päällekkäin, eikä menetelmä siten ole jakeiden suhteen yksiselitteinen. Bitumi voidaan jakaa osiin myös kemiallisen luonteen mukaan, rikkihapolla saostamalla sekä ohutlevykromatografian lisäksi muunlaisin kromatografisin menetelmin (Blomberg 1990, Fuhr 2005, Kharrat et al. 2007). Merkille pantavaa on, että käytetyt liuottimet, välineet ja menetelmä vaikuttavat saataviin tuloksiin (Fuhr 2005, Kharrat et al. 2007), mikä vaikeuttaa eri menetelmillä suoritettavien tutkimusten vertailua. SARA-fraktioinnin tuloksilla pyritään ymmärtämään ja selittämään samankaltaisten bitumien erilaista käyttäytymistä (Simpson, Griffin & Miles 1961, Loeber et al. 1998, Domke, Davison & Glover 1999, Yarranton, Fox & Svrcek 2007).



**Kuva 8: Esimerkkitulostus V1500-sideaineen ohutlevykromatografisesta SARA-fraktioiden määrittämisestä, vasemmalta alkaen tyydyttyneet ja aromaattisen hiilivedyt, hartsit sekä asfalteenit (x-akselilla retentioaika (min.) ja y-akselilla detektorin havaitsema jännite (mV))**

SARA-fraktioiden tyypillisiä ominaisuuksia on esitetty taulukossa 10. Eri fraktiot eroavat toisistaan merkittävästi molekyylien koon ja rakenteen osalta. Molekyylien koko ja rakenne määrittävät kunkin fraktion tyypilliset ominaisuudet, kuten viskositeetin (Griffin, Simpson & Miles 1959).

**Taulukko 10: SARA-fraktioiden tyypillisiä ominaisuuksia (koottu lähteistä Shell (1990) ja Lesueur (2009))**

Ominaisuus	Tyydyttyneet hiilivedyt	Aromaattiset hiilivedyt	Hartsit	Asfalteenit
Tyypillinen rakenne	Suora tai haaroittunut	Aromaattisia tyydyttymättömiä rengasrakenteita	Kompleksinen aromaattinen rakenne	Kompleksinen aromaattinen rakenne
Väri ja olomuoto (huoneenlämpö)	Vaalea tai oljen värinen, öljy	Tummanruskea, öljy	Tummanruskea, kiinteä tai puolikiinteä	Tummanruskea tai musta, amorfinen kiinteä
Keskimääräinen molekyylipaino, au	n. 600	n. 800	n. 1100	800 – 3500
Osuus, %	5 – 20	40 – 65	30 – 45	5 – 25
Polaarisuus	Vähiten polaarinen	Hieman polaarinen	Polaarinen	Hyvin polaarinen
Muita ominaispiirteitä	-	-	Sisältää heteroatomeita	Sisältää heteroatomeita
H/C *	1,8	1,5	1,3 – 1,4	1,1

\* Vedyn (H) massan suhde hiilen (C) massa

Vanhenemisen on havaittu vaikuttuvan SARA-fraktioiden osuuksiin. Yleisesti ajatellaan, että painopiste fraktioiden osuuksissa siirtyy kohti asfalteenia. Tyydyttyneiden hiilivetyjen osalta muutos ei yleensä ole kovin merkittävä. Aromaattien osuus yleensä laskee ja hartsien osuus kasvaa, mikä on tulkittu siten, että osa aromaateista muuttuu vanhetessaan hartsimaisiksi yhdisteiksi. Vastaavasti osa hartseista muuntuu asfalteeniksi. (Lu, Isacson 2002, Siddiqui 1999)

### 2.3.3 Vahamaiset yhdisteet

Vahamaiset yhdisteet tuovat bitumeille omat ominaispiirteensä. Vahoiksi kutsutaan niitä hiilivety-yhdisteitä, jotka muodostavat kidemäisiä rakenteita jäähdytettäessä ja sulavat lämmitettäessä. Tutkimusten perusteella vahamaisilla yhdisteillä voi olla sideaineen, massan ja päällysteen ominaisuuksiin positiivisia ja negatiivisia vaikutuksia tai ei lainkaan vaikutusta (Edwards 2003, Lu, Redelius 2007, Wong, Li 2009). Vahat voidaan jakaa kahteen ryhmään niiden rakenteen perusteella. Parafiiniset vahat ovat suoraketjuisia tai vain vähän haaraketjuja sisältäviä alkaaneja, jotka kiteytyvät levy- tai neulamaisiksi (Musser, Kilpatrick 1998). Mikrokiteiset vahat ovat rakenteeltaan

monimutkaisempia ja ovat kiteiltään hienojakoisempia, ja ne sisältävät enimmäkseen haarautuneita ja rengasmaisia hiilivetyjä. Mikrokiteisten vahojen molekyylipaino on suurempi kuin parafiinisten vahojen. Parafiinisten vahojen sulamislämpö on yleensä matalampi kuin mikrokiteisten vahojen. (Musser, Kilpatrick 1998)

Kiteiden sulamisen on havaittu alkavan selvästi kiteytymistä korkeammissa lämpötiloissa. (Masson, Polomark 2001) Bitumista eristettyjen vahojen kiteytymisen on viilennettäessä havaittu alkavan noin 35 – 55 celsiusasteen lämpötilassa ja sulamisen lämmitettäessä noin 40 – 65 celsiusasteessa. Vastaavasti bitumien seassa vahojen kiteytymisen alkaminen on tutkimusten mukaan vaihdellut noin 20 – 45 celsiusasteen välillä ja sulaminen on havaintojen mukaan kokonaisuudessaan tapahtunut 60 – 90 celsiusasteen välillä. (Edwards 2003, Lu et al. 2005, Lu 2006, Petersson, Gustafson & Stading 2008) Väliaine hidastaa kiteiden muodostumista, mikä johtaa kiteytymisen aikariippuvuuteen. (Lu et al. 2005).

#### **2.3.4 Rakenne**

Bitumin varsinaisesta rakenteesta ei vallitse yksimielisyyttä (Lesueur 2009, Petersen, J. C. et al. 1994a, Speight 2004). Perinteisesti bitumin rakenne on selitetty kolloidisella mallilla, jossa dispergoituneet hartsien ympäröivät asfalteenit (kolloidit) ovat tasaisesti jakautuneet öljyn muodostamaan jatkuvaan faasiin. Kolloidisen rakenteen mallin kuvasi ensimmäisenä Nellensteyn vuonna 1923 ja sitä täydensivät Pfeiffer ja Saal vuonna 1940 soolimaisilla ja geelimäisillä bitumirakenteilla (Lesueur 2009). Toisaalta bitumi kuvataan jatkuvaksi homogeeniseksi seokseksi (dispersed polar fluid), johon kaikki komponentit ovat tasaisesti liuenneet (Petersen, J. C. et al. 1994a). Redelius (2000) esitti vuonna 2000 Hansenin liukoisuusparametreihin perustuvan Nynäsin bitumin liukoisuusmallin. Kaikissa tapauksissa rakenteen muodostumista ohjaa molekyylien välinen termodynaaminen tasapaino ja energiaminimiperiaate. Energiaminimiperiaatteen mukaan molekyylit järjestyvät siten, että yksittäisten molekyylien energia saa vallitsevissa olosuhteissa pienimmän arvonsa. (Illston 1994)

Eri näkökulmat bitumin rakenteeseen korostavat bitumin kompleksista luonnetta. Vaikka materiaalin käyttäytyminen on kaikille havaintojen tekijöille sama, voidaan sitä selittää hyvin erilaisin tavoin ja lähtökohdin. Koska bitumin rakenteesta ei vallitse yksimielisyyttä, ei sen rakennetta tunneta vielä riittävän hyvin tai sillä on todella hyvin erilaisia piirteitä, jotka riippuvat tarkasteltavasta ominaisuudesta ja olosuhteista.

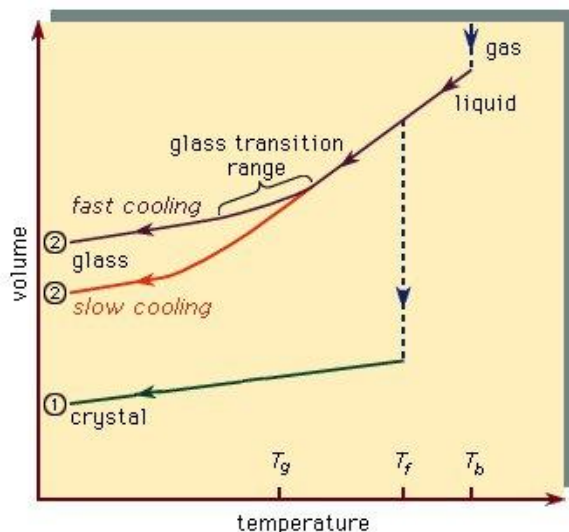
#### **2.3.5 Olomuoto ja lämpötilat**

Koska bitumi on koostumukseltaan ja rakenteeltaan erittäin kompleksinen, riippuu sen olomuoto ja tiheys vallitsevasta lämpötilasta, joka bitumin käytön aikana Suomessa vaihtelee päällysteissä talven pakkasista bitumin pumppaus- ja asfalttimassan



sekoittamislämpötiloihin (karkeasti  $-40 - 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Vastaavasti bitumin olomuoto vaihtuu edellä mainitulla lämpötila-alueella kiinteästä puolikiinteäksi ja lopulta nesteeksi.

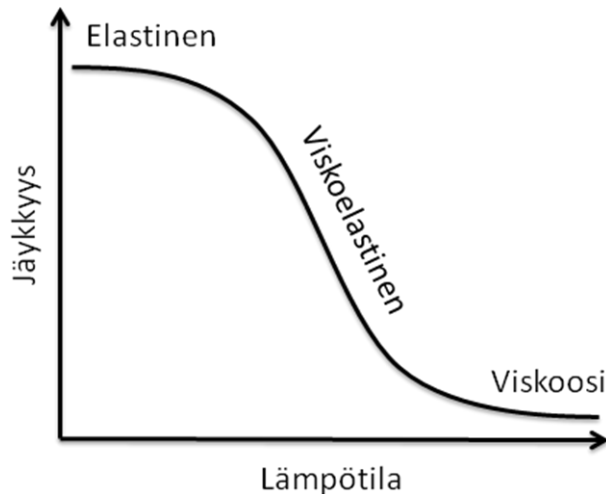
Bitumi on amorfinen aine ja sen olomuodon muutoksiin liittyvät lasittumislämpötilat (glass transition temperature,  $T_g$ ), jotka ovat yhteydessä bitumin tiheyden muutoksiin lämpötilan funktiona (Kuva 9). Kiinteän olomuodon ja suurimman tiheyden bitumi saa alhaisimmassa lasittumislämpötilassa, jota kylmemmässä molekyylit eivät enää pääse liikkumaan toistensa ohi. Ylintä lasittumislämpötilaa korkeammassa lämpötiloissa bitumi on neste. Lasittumislämpötiloja ei voida määritellä bitumeille tarkasti, sillä lasittumisiilmiöt esiintyvät hyvin erilaisilla ja laajoilla lämpötila-alueilla (Masson, Polomark 2001). Bitumien alimman ( $-20 - -30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) ja ylimmän ( $50 - 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) lasittumislämpötilan välillä bitumilla on sekä viskooseja että elastisia piirteitä. Masson ja Polomark (2001) osoittivat kullakin bitumin SARA-fraktioista olevan ainakin kaksi lasittumislämpötilaa, ja koko bitumilla neljä.



**Kuva 9: Amorfinen (2) ja kiteisen (1) materiaalin tilavuuden muutos lämpötilan funktiona ( $T_g$  = lasittumispiste,  $T_f$  = sulamispiste ja  $T_b$  = kiehumispiste; muokattu lähteestä Encyclopædia Britannica Inc. (2011))**

### 2.3.6 Reologia

Olomuodon muutoksien lisäksi myös bitumin mekaaniset ominaisuudet muuttuvat merkittävästi lämpötilan mukaan. Kiinteän aineen ominaisuuksia voidaan kuvata elastisilla materiaalmalleilla ja nesteen ominaisuuksia viskooseilla malleilla. Kiinteän ja nestemäisen olomuodon välillä bitumilla on sekä elastisia että viskooseja ominaisuuksia eli välilämpötiloissa bitumi on viskoelastinen materiaali (Kuva 10).



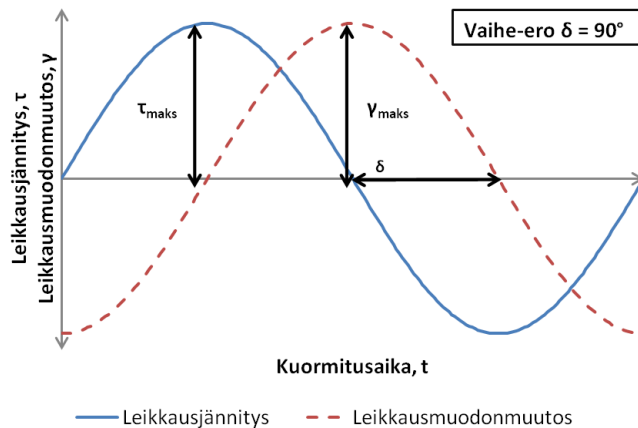
**Kuva 10: Jäykkyyden ja lämpötilan välinen yhteys**

Viskositeetti kuvaa nesteen vastusta leikkausjännityksen alaisena. Arkikielessä viskositeettia voidaan kutsua nesteen sisäiseksi kitkaksi. Sisäisestä kitkasta seuraa materiaaliin tehdyn työn muuntuminen lämpöenergiaksi, siten viskoosiset muodonmuutokset ovat palautumattomia. Aineen viskositeetti voidaan määrittää usealla tavalla. Newtonisilla nesteillä viskositeetti riippuu vain lämpötilasta, jolloin viskositeetin määrittämiseen voidaan käyttää yksinkertaisia tilavuusvirtaukseen ja virtausaikaan perustuvia mittausmenetelmiä (kapillaariviskometrit). Ei-newtonisten nesteiden viskositeetti voi lämpötilan lisäksi riippua leikkausnopeudesta ja -ajasta, minkä takia ei-newtoniselle nesteelle saadaan vakiolämpötilassa useita toisistaan poikkeavia viskositeetteja. Viskositeetit ei-newtonisella alueella voidaan määrittää esimerkiksi rotaatioviskometreillä, joilla voidaan mitata leikkausnopeuden ja -ajan vaikutus viskositeettiin. Kuten yllä mainittiin, viskoosin materiaalin muodonmuutos on aina palautumatonta, ja sen suuruus riippuu kuormitusajasta.

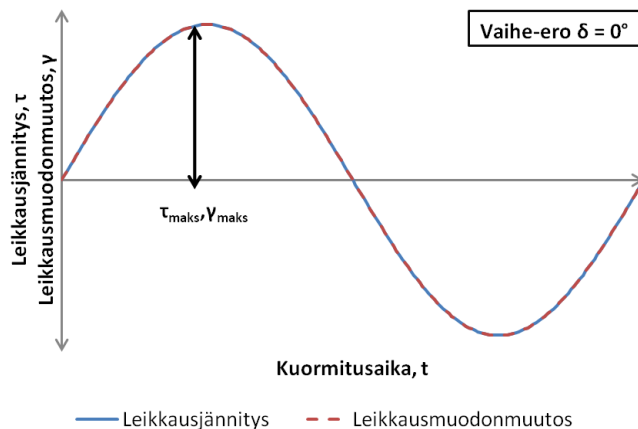
Hyvin alhaisissa lämpötiloissa bitumi on elastinen materiaali eli muodonmuutokset ovat palautuvia ja välittömiä. Kiinteän aineen elastiset ominaisuudet voidaan selvittää yksinkertaisin veto-, puristus- tai leikkausjännityskokein. Veto- ja puristuskokeiden tuloksena saadaan materiaalin kimmomoduuli (E) ja leikkausjännityskokeella leikkausmoduuli (G). Moduuli yhdistää jännityksen ja muodonmuutoksen. Kimmo- ja leikkausmoduulin välinen yhteys voidaan kuvata Poissonin luvun avulla. (Blomberg 1990, Illston 1994, Macosko 1994)

Koska bitumi on lähellä newtonista nestettä vain korkeissa lämpötiloissa (sekoituslämpötiloissa) ja lähellä kiinteää ainetta vain hyvin alhaisissa lämpötiloissa (< -20 °C), täytyy bitumin tyypillisissä käytönaikaisissa lämpötiloissa ottaa huomioon sekä viskoosiset että elastiset ominaisuudet. Viskoelastinen alue kattaa bitumin käytönaikaisen lämpötila-alueen (Suomessa noin -20 – 50 °C), jossa bitumin on

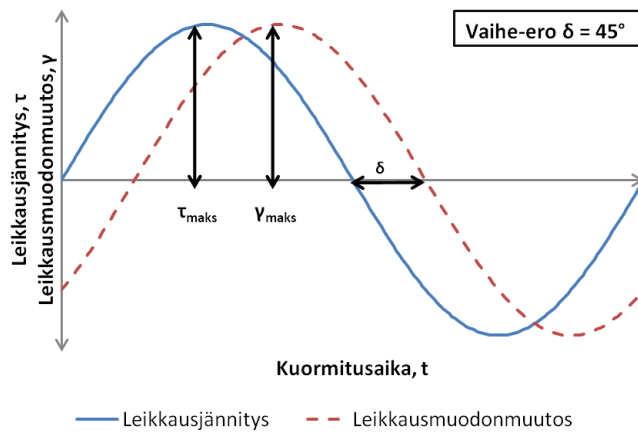
toimittava halutulla tavalla. Bitumin viskoelastiset ominaisuudet saadaan selvitettyä esimerkiksi dynaamisella leikkausreometrillä (DSR), joka oskillointilassa mittaa voiman ja muodonmuutoksen sekä näiden välisen vaihe-eron. Täysin viskoosilla materiaalilla maksimijännityksen ja -muodonmuutoksen välinen vaihe-ero on  $90^\circ$  (Kuva 11) ja täysin elastisella materiaalilla  $0^\circ$  (Kuva 12). Viskoelastisella materiaalilla vaihe-ero on edellisten välissä ja sen suuruus kuvaa materiaalin elastisuutta eli kimmoisuutta suhteessa sen viskoosisuuteen eli juoksevuuteen (Kuva 13). (Blomberg 1990, Illston 1994, Macosko 1994)



**Kuva 11: Viskoosin materiaalin maksimijännityksen ja -muodonmuutoksen välinen vaihe-ero on  $90^\circ$**

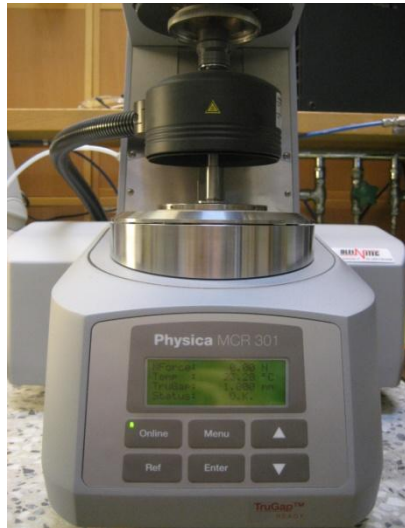


**Kuva 12: Elastisen materiaalin maksimijännityksen ja -muodonmuutoksen välinen vaihe-ero on  $0^\circ$**

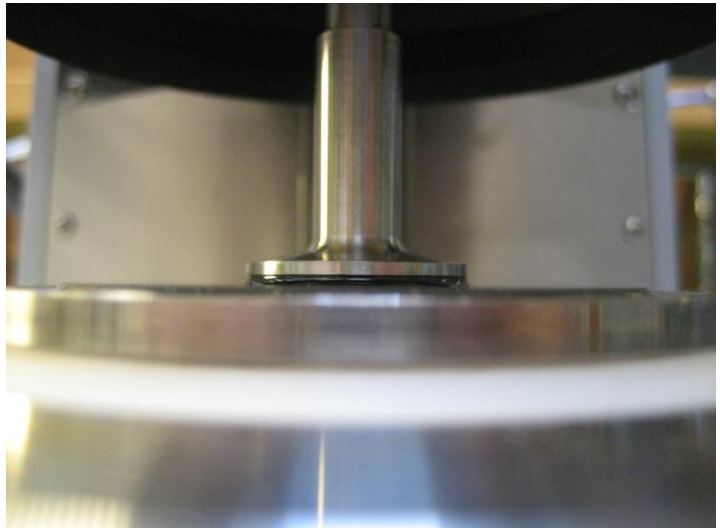


**Kuva 13: Viskoelastisen materiaalin maksimijännityksen ja -muodonmuutoksen välinen vaihe-ero on 0 – 90°**

Kuvassa 14 on esitetty reometri (a) ja sideainenäytteen koasetelma (b), kun tutkitaan kompleksista leikkausmoduulia ja vaihekulmaa reometrillä oskillointitilassa. Näytettä koestetaan kiertämällä näytteen päällä olevaa mittapäätä sinimuotoisella kuormituksella edestakaisin joko siirtymä- voimaohjattuna, jolloin näytteeseen aiheutuu leikkausjännitys ja -muodonmuutos. Samalla laitteella voidaan yleensä tutkia näytteitä myös rotaatiotilassa, jossa mittapäätä pyöritetään valitulla nopeudella vain yhteen suuntaan.



(a)



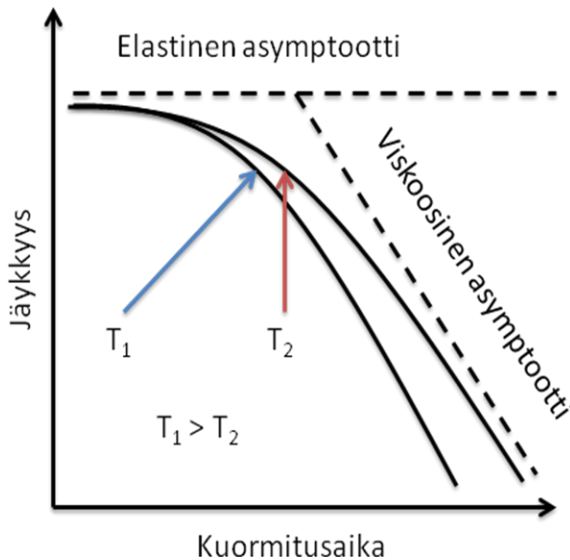
(b)

**Kuva 14: Reologisten ominaisuuksien tutkimiseen käytetty reometri (a) ja sideainenäyte valmiina testattavaksi (levy-levy-geometria, halkaisija 25 mm ja mittarako 1 mm; kuvassa (a) näkyvä musta jäähdytys-lämmityshuppu lasketaan testin ajaksi näytteen ympärille)**

Viskoelastisen materiaalin muodonmuutosominaisuudet riippuvat lämpötilan lisäksi myös kuormitusajasta, siksi sille voidaan vakio lämpötilassa määrittää lukemattomia

jäykkyyksien ja vaihe-erojen yhdistelmiä. Yleisesti bitumien jäykkyys kasvaa ja vaihe-ero pienenee (Kuva 15), kun:

- lämpötilaa lasketaan tai
- kuormitusaikaa lyhennetään.



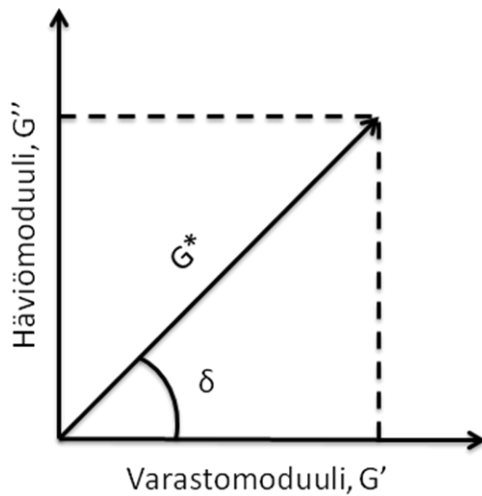
**Kuva 15: Lämpötilan ja kuormitusajan vaikutus bitumin jäykkyyteen (log-log-asteikolla) (muokattu lähteistä Blomberg (1990) ja Shell (1990))**

Oskillointimittausten tuloksista (voimista, muodonmuutoksista ja vaihe-eroista) voidaan laskea kullekin lämpötilalle ja kuormitusajalle ominainen kompleksinen leikkausmoduuli  $G^*$ . Kompleksinen leikkausmoduuli voidaan jakaa varastomoduliin  $G'$  ja häviömoduliin  $G''$ . Varastomoduli ja häviömoduli esitetään usein kompleksitasossa, jossa varastomoduli muodostaa reaalisen osan ja häviömoduli imaginäärisen osan (Kuva 16). Kompleksisen leikkausmoduulin ja vaihekulman avulla voidaan laskea myös sideainäytteen näennäinen viskositeetti empiirisesti määritetyllä yhteydellä (Kaava 2), joka on vertailukelpoinen varsinaisten viskositeettimääritysten kanssa (Bonaquist, Pellinen & Witczak 1998).

$$\eta = \frac{|G^*|}{\omega} \times \left( \frac{1}{\sin(\delta)} \right)^{a_0 + a_1\omega + a_2\omega^2}, \quad (2)$$

missä  $\eta$  on näennäinen viskositeetti (Pas),  $|G^*|$  sideaineen kompleksinen leikkausmoduuli (Pa),  $\omega$  kulmataajuus (rad/s),  $\delta$  vaihe-ero (rad) ja  $a_{0,1,2}$  mallin sovituspärametreja (modifioimattomien ja modifioitujen sideaineiden tutkimustulosten

perusteella  $a_0 = 3,639216$   $a_1 = 0,131373$  ja  $a_2 = -0,000901$  (Bonaquist, Pellinen & Witczak 1998)).

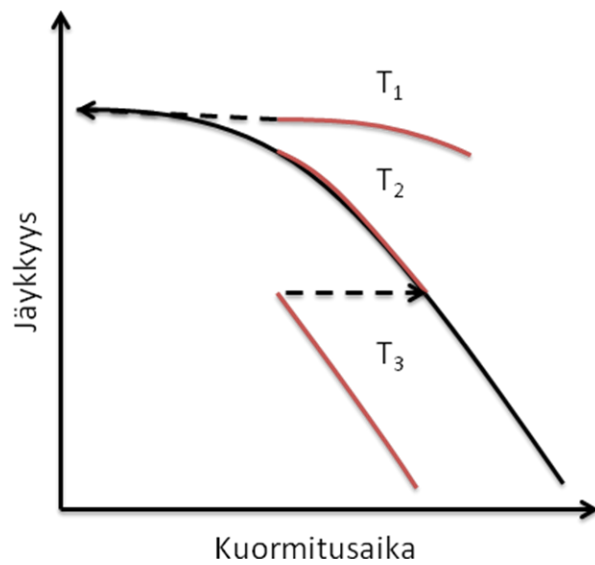


**Kuva 16: Varasto- ja häviömoduuli sekä vaihe-ero kompleksitasossa (x-akseli = reaaliakseli, y-akseli = imaginääriakseli)**

Dynaamisella leikkausreometrillä materiaalien viskoelastisia ominaisuuksia tutkitaan materiaalista riippuvalla lineaarisesti viskoelastisella alueella (LVE-alue). Tässä lineaarisuudella tarkoitetaan sitä, että materiaalin viskositeetin suuruus ei riipu leikkausnopeudesta. Lineaarisen viskoelastisuuden alue vaihtelee eri bitumeilla niiden alkuperän ja koostumuksen mukaan. Modifioituilla bitumeilla LVE-alue voi olla hyvin poikkeava modifioimattomiin bitumeihin verrattuna. LVE-alue määritetään eri lämpötiloissa ja muodonmuutoksilla suoritettavilla mittauksilla, joiden tuloksista voidaan valita sopivat rajat muita testejä varten. Kriteerinä rajojen valitsemisessa käytetään muodonmuutoksen ja kompleksisen leikkausmoduulin yhteyttä – lineaarisesti viskoelastisen alueen ulkopuolella kompleksisen leikkausmoduulin arvot laskevat, kun muodonmuutosta kasvatetaan. (Petersen, J. C. et al. 1994b, Suomen Standardisoimisliitto SFS 2007a)

Reologisiin tutkimuksiin liittyy ajatus reologisesta yksinkertaisuudesta (thermo-rheologically simple materials). Reologisesti yksinkertaisille materiaaleille pätee säännönmukainen aika-lämpötila-superpositioperiaate (time-temperature superposition principle), jonka mukaan yhdessä lämpötilassa saadut tulokset voidaan identtisesti saavuttaa toisessa lämpötilassa muuttamalla kuormitusnopeuksia. Aika-lämpötila-superpositioperiaatetta hyödyntäen eri lämpötilojen tutkimustulokset voidaan esittää yhdessä lämpötilassa niin kutsuttuna master-käyränä (Kuva 17). Bitumia pidetään reologisesti yksinkertaisena materiaalina tietyin poikkeuksin. Esimerkiksi 25 – 50 °C:ssa kiteytyvät vahat saattavat aiheuttaa reologista kompleksisuutta. (Anderson, D. A. et al. 1994) Myös Lesueur ja Gerard (1996) esittivät

osana lineaarista viskoelastisuutta käsittelevässä tutkimuksessaan kiteytyvien yhdisteiden johtavan poikkeamiin reologisesta yksinkertaisuudesta.



**Kuva 17: Master-käyrän kokoaminen kolmen eri lämpötilan, mutta samojen kuormitusaikojen aksiaalisista mittaustuloksista (log-log-asteikko)**

### 3 Laboratorio-osuus

#### 3.1 Sideainetutkimukset

Sideainetutkimusten tavoitteena oli saada tietoa biofluksattujen bitumien koostumuksen vaikutuksesta niiden ominaisuuksiin. Sideainetutkimukset olivat perustana massojen (tiivistämättömien ja tiivistettyjen) ominaisuuksien sekä kenttällä tehtyjen seurantatutkimusten ymmärtämiselle ja eroavaisuuksien selittämiseksi. Sideainetutkimusten tuloksia käytetään myös biofluksattujen bitumien käyttömahdollisuuksien arvioimisessa. Laboratorio-osuuden sideainetutkimukset jaettiin kolmeen tehtävään:

1. Koostumukseltaan erilaisten biofluksattujen bitumien valmistaminen ja perusominaisuuksien määrittäminen (vakiona tuotteen alkuviskositeetti, muuttujina biofluksin osuus ja bitumipohjan viskositeetti)
2. Biofluksatuissa bitumeissa tapahtuvan vanhenemisen aiheuttamien muutoksien tutkiminen
  - a. Koostumuksessa
  - b. Reologisissa ominaisuuksissa
3. Biofluksin haihtumisnopeuden tutkiminen eri bitumipohjista (vakiona biofluksin osuus, muuttujina bitumipohjan viskositeetti ja bitumiliuoksen alkuviskositeetti)

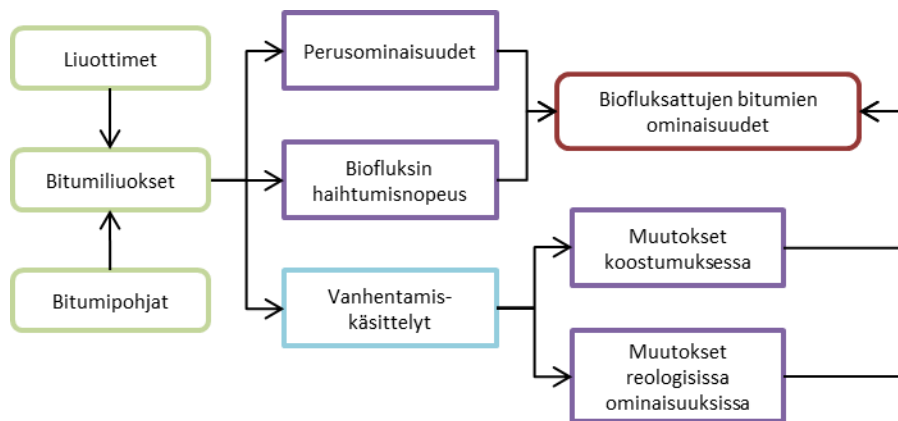
Tehtävä 1 piti sisällään biofluksattujen bitumien eli bitumiliuosten valmistamisen lähtöaineista tehtävää 2 varten sekä liuosten perusominaisuuksien määrittämisen. Määritetyt ominaisuudet olivat leimahduspisteet käyttöturvallisuuden arvioimiseksi sekä tiheydet tilavuussuhteiden määrittämiseksi ja viskositeetilaskuja varten. Lisäksi bitumiliuoksista määritettiin koostumus ja reologisia ominaisuuksia, joita käytettiin bitumiliuosten valmistuserän laadunvalvonnassa sekä keskinäisten erojen tutkimisessa. Tehtävissä 1 ja 2 käytetyt bitumiliuokset valmistettiin Neste Oil Oy:n laboratoriossa 90 – 95 °C:ssa kahtena noin 10 litran annoksena, jotka lopuksi yhdistettiin ja sekoitettiin keskenään. Yhdistetty seos jaettiin pienempiin säilytysastioihin eri tutkimuksia varten.

Tehtävässä 2 biofluksattuja bitumeita vanhennettiin eri käsittelyin ja liuosten koostumuksessa ja reologisissa ominaisuuksissa tapahtuneita muutoksia tutkittiin vertaamalla niitä tehtävässä 1 määritettyihin ominaisuuksiin. Koska oli odotettavissa, että bitumiliuosten liuottimet haihtuvat ajan funktiona, seurattiin niiden koostumuksen muutoksia eri vanhentamiskäsittelyiden jälkeen. Tähän käytettiin ohutlevykromagrafiolla määritettyjä SARA-fraktioita ja jakotislauksella määritettyjä liuottimien osuuksia. Reologisten ominaisuuksien muuttumista tutkittiin viskositeetin sekä kompleksisen leikkausmoduulin ja vaihekulman avulla.



Kun biofluksin osuus bitumiliuoksessa pidettiin vakiona, voitiin tehtävässä 3 tutkia, miten biofluksi haihtuu jäykkyydeltään erilaisista bitumipohjista. Koska bitumipohjalla oletettiin olevan vaikutusta biofluksin haihtumiseen, tutkittiin haihtumista neljästä jäykkyydeltään erilaisesta bitumista.

Kuvassa 18 on esitetty yksinkertaistettu kaavio tutkimussuunnitelmasta. Lisäksi kuvan alla on esitetty yksityiskohtaisempi kuvaus tutkituista materiaaleista ja käytetyistä menetelmistä.



**Kuva 18: Sideainetutkimusten suunnitelma**

### ***Tehtävä 1***

Koostumukseltaan erilaiset biofluksatut bitumit sekoitettiin eri bitumeista ja biofluksista siten, että tutkimuksia varten saatiin neljä sideainevaihtoehtoa. Sideainevaihtoehtojen viskositeetiksi 60 °C:ssa tavoiteltiin arvoa 600 mm<sup>2</sup>/s eli bitumiliuosten alkuviskositeetti pyrittiin saamaan vakioksi. Bitumipohjina käytettiin V1500-, V3000-, V6000- ja 160/220-sideaineita (Taulukko 11), joiden jäykkyydet ja biofluksin suhteelliset osuudet olivat tutkimuksen muuttujina. Bitumeista V15A, B20A ja V15B oli otettu suoraan tuotannosta, mutta V30A- ja V60A-bitumit sekoitettiin Neste Oilin laboratoriossa tätä tutkimusta varten. V15B-sideainetta käytettiin ainoastaan työstettävyysskoikeissa käytetyssä vertailumassassa, eikä sen ominaisuuksia tutkittu.

**Taulukko 11: Laboratorio-osuudessa käytetyt bitumit**

Tunnus	Koostumus	Alkuperä	Luokituksen mukainen viskositeetti, 60 °C	Luokituksen mukainen tunkeuma, 25 °C
			$mm^2/s$	1/10 mm
V15A	V1500	Tuotanto	1500	-
V30A	V3000	Laboratoriosekoitus	3000	-
V60A	V6000	Laboratoriosekoitus	6000	-
B20A	160/220	Tuotanto	-	160 – 220
V15B *	V1500	Tuotanto	1500	-

\* Sideainetta käytettiin ainoastaan työstettävyysskoekiden vertailumassassa

Laboratorio-osuuden tutkimuksia varten valmistettujen ja käytettyjen bitumiliuosten ohjeelliset koostumukset on esitetty taulukossa 12, jossa on mainittu myös bitumiliuoksesta jatkossa käytettävä tunnus (V15BF, V30BF, ...). Myös biofluksatut bitumit sekoitettiin Neste Oilin laboratoriossa, kuten aiemmin mainittiin. Vertailusideaineena käytetty BL2K oli otettu suoraan tuotannosta, eikä sen bitumipohjaa ollut erikseen saatavilla. Taulukon 12 bitumipohjilla viitataan taulukossa 11 mainittuihin bitumeihin.

**Taulukko 12: Laboratorio-osuudessa käytettyjen bitumiliuosten ohjeelliset koostumukset**

Tunnus	Alkuperä	Bitumipohja *	Liuotin	Seossuhde (bitumipohja / liuotin)
				% / %
V15BF	Laboratoriosekoitus	V15A	Biofluksi	94,5 / 5,5
V30BF	"	V30A	"	90,8 / 9,2
V60BF	"	V60A	"	88,5 / 11,5
B20BF	"	B20A	"	82,0 / 18,0
BL2K	Tuotanto	- **	Petroli + kaasuöljy	86,0 / 7,0 + 7,0

\* Taulukko 11

\*\*Iähellä V6000-sideainetta

Taulukossa 13 on esitetty yhteenveto bitumipohjista ja alkuperäisistä bitumiliuoksista tutkituista ominaisuuksista sekä käytetyistä testimenetelmistä. Tutkimuksessa käytettiin sekä standardimenetelmiä että kehitettiin omia menetelmiä, jos standardin mukaisia menetelmiä ei ollut käytettävissä. Neste Oil Oy:n tutkimuslaboratorion kokemusten perusteella biofluksattujen bitumien jakotislauksessa perinteisellä menetelmällä (SFS-EN 13358) oli ongelmia, minkä vuoksi biofluksattujen bitumiliuosten kohdalla on siirrytty kaasukromatografiaan perustuvaan simuloituun jakotislaukseen

(SFS-EN 15199-2). Perinteisessä jakotislauksessa biofluksia oli tislautunut bitumiliuosnäytteestä 360 °C:ssa hyvin niukasti, mikä aiheutti tislauksjäännöksen syttymisen tislaukskolvissa. Vertailukelpoisten tulosten saamiseksi tehtiin myös BL2K:n jakotislauk simuloidulla tislauksella.

**Taulukko 13: Bitumipohjista ja alkuperäisistä liuoksista tutkitut ominaisuudet**

Ominaisuus	Bitumipohjat *	Bitumiliuokset **	Menetelmä / laite
Leimahduspiste	-	X	SFS-EN ISO 2719
Tiheys	-	X	SFS-EN ISO 12185
SARA-fraktiot	X	X	Liite A / IATROSCAN Mk VI
Jakotislauk (simuloitu)	-	X	SFS-EN 15199-2
Kinemaattinen viskositeetti***	X	X	SFS-EN 12595
Dynaaminen viskositeetti***	X	-	SFS-EN 12596
Viskositeetti, rotaatio	-	X	Liite B / Physica 301
Kompleksinen leikkausmoduuli ja vaihekulma	X	X	Liite C / Physica 301

\* Taulukon 11 bitumit, pl. V15B

\*\* Taulukon 12 bitumiliuokset

\*\*\* Viskositeetti määritettiin sideaineen oletetun jäykkyyden perusteella joko kinemaattisena tai dynaamisena

## **Tehtävä 2**

Vanhenemisen aiheuttamia muutoksia bitumiliuoksiin tutkittiin eri tavoin käsitellyistä näytteistä. Vanhentaminen suoritettiin kolmessa vaiheessa: haihduttamalla, stabiloimalla sekä pitkäaikaisvanhentamalla (PAV-käsittely). Eri vaiheet olivat peräkkäisiä eli sideaine haihdutettiin ennen stabilointia ja stabiloitiin ennen PAV-käsittelyä. Näytteiden paksuus vanhentamisastioissa oli standardien mukaisesti yksi millimetri haihdutuksessa ja stabiloinnissa sekä 3,2 millimetriä PAV-käsittelyssä. Bitumiliuosten vanhentamiskäsittelyjen yhteenveto on esitetty taulukossa 14.

**Taulukko 14: Vanhentamiskäsittelyt ja olosuhteet (stabilointi sisältää haihdutuksen – PAV-käsittely sisältää haihdutuksen ja stabiloinnin)**

Käsittely	Tarkoitus	Olosuhteet	Menetelmä
Haihdutus *	Bitumiliuoksen liuottimen haihduttaminen	Huoneenlämpö – 24 tuntia ja 50 °C – 24 tuntia	SFS-EN 14895
Stabilointi *	Bitumiliuoksen liuottimen haihduttaminen	85 °C – 24 tuntia	SFS-EN 14895
PAV	Sideaineen nopeutettu pitkäaikaisvanhentaminen (hapettuminen)	85 °C – 65 tuntia – 2,1 MPa	SFS-EN 14769

\* Bitumiliuoksen liuottimen haihtumista voidaan yleisesti kutsua bitumiliuoksen stabiloitumiseksi

Vanhentamiskäsittelyjen jälkeiset sideaineiden tunnuksot, joita käytetään jatkossa, on esitetty taulukossa 15. Vanhentamisten jälkeiset sideaineiden nimet sisältävät alkuperäisen bitumiliuoksen nimen varustettuna vanhentamiskäsittelyn alkukirjaimella.

**Taulukko 15: Sideaineiden tunnuksot eri vanhentamisvaiheiden jälkeen**

Alkuperäinen bitumiliuos	Käsittely		
	Haihdutus	Stabilointi	PAV
V15BF	V15BFH	V15BFS	V15BFP
V30BF	V30BFH	V30BFS	V30BFP
V60BF	V60BFH	V60BFS	V60BFP
B20BF	B20BFH	B20BFS	B20BFP
BL2K	BL2KH	BL2KS	BL2KP

Vanhentamiskäsittelyt ja niiden jälkeiset tutkimukset tehtiin taulukon 12 bitumiliuoksille. Vanhennetuista näytteistä määritetyt ominaisuudet on koottu taulukkoon 16.

**Taulukko 16: Bitumiliuosten tutkimukset eri vanhentamiskäsittelyjen jälkeen**

Ominaisuus	Käsittely			
	Haihdutus	Stabilointi	PAV	Menetelmä / laite
SARA-fraktiot	X	X	X	Liite A / IATROSCAN Mk VI
Jakotislaus (simuloitu)	X	X	- **	SFS-EN 15199-2
Kinemaattinen viskositeetti*	X	X	X	SFS-EN 12595
Dynaaminen viskositeetti*	X	X	X	SFS-EN 12596
Kompleksinen leikkausmoduuli ja vaihekulma	X	X	X	Liite C / Physica 301

\* Viskositeetti määritettiin sideaineen oletetun jäykkyyden perusteella joko kinemaattisena tai dynaamisena

\*\* Biofluksin oletettiin haihtuvan kokonaisuudessaan haihdutuksen ja stabiloinnin aikana

### Tehtävä 3

Biofluksin haihtuminen bitumiliuoksesta muuttaa sen ominaisuuksia merkittävästi. Bitumipohjan vaikutuksesta hiilivetyjen haihtumisnopeuteen ei löytynyt luotettavia tutkimuksia, minkä takia haihtumisnopeutta tutkittiin haihtumiskokeella. Haihtumiskokeita varten sekoitettiin bitumiliuokset, joissa biofluksin osuus pidettiin vakiona (Taulukko 17). Haihtumiskokeessa näytteiden massamuutoksia seurattiin aika ajoin biofluksin haihtumisen nopeuserojen havaitsemiseksi. Yksityiskohdat haihtumiskokeesta on esitetty liitteessä D.

**Taulukko 17: Haihdutuskokeessa käytettyjen biofluksattujen bitumien koostumus**

Sideaine	Bitumipohja	Alkuperä	Seossuhde (bitumipohja / biofluksi)
			% / %
V15BF-YH	V15A	Laboratoriosekoitus	88,8 / 11,2
V30BF-YH	V30A	”	88,8 / 11,2
V60BF-YH	V60A	”	88,8 / 11,2
B20BF-YH	B20A	”	88,8 / 11,2

### 3.2 Kiviainestutkimukset

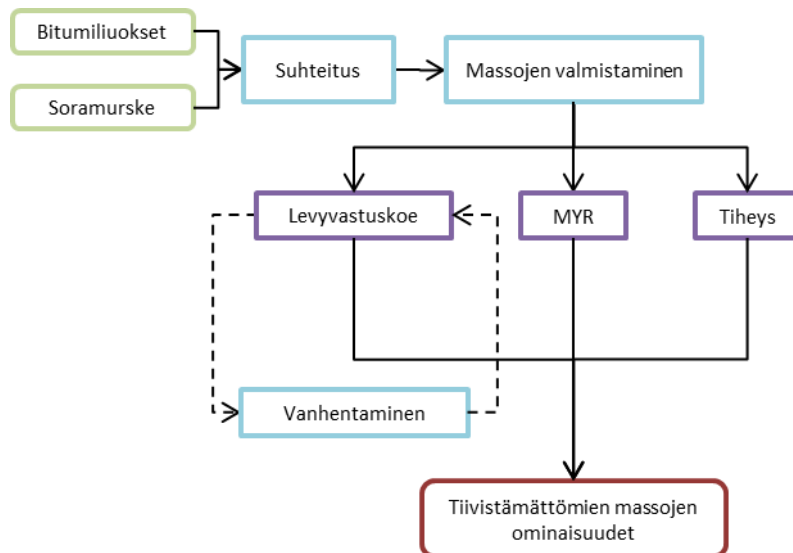
Massa- ja päällystetutkimuksia varten valittiin kiviainekseksi tyypillinen PAB-varastomassoissa käytettävä soramurske. Soramurske noudettiin Destia Oy:n Maantiekylän tukikohdan varastokasasta. Soramurske oli peräisin Hiiskulasta, ja sen nimellinen maksimiraekoko oli 8 millimetriä. Kiviaineksesta tutkittiin perusominaisuuksia, joiden perusteella voitiin arvioida kiviaineksen soveltuvuutta PAB-massan kiviainekseksi (Taulukko 18). Kiviaines ei ollut tässä tutkimuksessa muuttujana.

**Taulukko 18: Kiviainestutkimukset ja menetelmät**

Ominaisuus	Menetelmä / laite
Rakeisuus	SFS-EN 933-1
Kiviaineksen kiintotiheys	Liite E
Hienoaineksen kiintotiheys	SFS-EN 1097-7
Hienoaineksen tyhjätila	SFS-EN 1097-4
Murtopintaisten rakeiden osuus	SFS-EN 933-5

### 3.3 Tiivistämättömien massojen tutkimukset

Tämä tutkimuksen osa-alue käsittelee biofluksatuista bitumeista ja vertailusideaineista valmistettujen tiivistämättömien massojen ominaisuuksia. Laboratorio-osuudessa massat valmistettiin biofluksatuista bitumeista sekä vertailusideaineista BL2K ja V1500. Vedenkestävyys ja työstettävyys määritettiin PAB-varastomassojen ensisijaisiksi vaatimuksiksi, joten ne valittiin tutkittaviksi myös laboratorio-osuuden massoista. Lisäksi tutkittiin korotetun sideainepitoisuuden vaikutusta vedenkestävyyteen ja työstettävyyteen. Rajallisen ajan takia työstettävyys määritettiin vain yhden ja neljän viikon ikäisistä massoista. Lämpötilan vaikutusta työstettävyyteen arvioitiin tutkimalla työstettävyys neljän viikon ikäisistä massoista kahdessa eri lämpötilassa. Massatutkimusten suunnitelma on esitetty kuvassa 19.



**Kuva 19: Massatutkimusten suunnitelma (työstettävyys tutkittiin levyvastuskokeella ja vedenkestävyys MYR-kokeella)**

Laboratorio-osuuden tutkimuksia varten valmistetut massat olivat tyypiltään PAB-massoja. Kiviaineksena kaikissa laboratorio-osuuden massoissa käytettiin Hiiskulan soramursketta (ks. luku 3.2). Tavoitesideainepitoisuudeksi valittiin kokemuseräisesti 3,7 prosenttia, mikä sisältää kasamassoissa käytettävän 0,2 prosenttiyksikön korotuksen sideainepitoisuudessa (Tiehallinto 2009). Korotetun sideainepitoisuuden vaikutuksen arvioimiseksi tehtiin V60BF-sideaineesta yksi massa 3,9 prosentin sideainepitoisuudella (massan tunnus V60BFB). V60BFB- ja V15BF-massojen sideainepitoisuus tulee yhtä suureksi (3,5 %), kun biofluksi on haihtunut bitumiliuoksesta kokonaan. Laboratoriomassoissa ei käytetty tartuketta. Massojen tunnuksat, sideainepitoisuudet ja käytetyt sideaineet on esitetty taulukossa 19. Massat sekoitettiin kaksiakselisella 40 kilogramman annoskoon laboratoriosekoittimella kuumista ja kuivista raaka-aineista. Sekoittimen lämpötilaksi oli asetettu 105 °C. Sideaineen lämpötila ennen sekoitusta oli 95 °C ja kivien 105 °C. Sekoitusaika oli 90 sekuntia ja massojen lämpötilat heti sekoituksen päätyttyä noin 85 °C. Sekoituksen jälkeen massat levitettiin kahdelle metallipellille, joista ne tunnin kuluttua siirrettiin muovisiin muuttolaatikoihin säilytykseen odottamaan myöhempiä tutkimuksia.

**Taulukko 19: Laboratorio-osuudessa valmistetut massat**

Tunnus	Sideainepitoisuus	Sideaine
	%	
V15BF	3,7	V15BF
V30BF	3,7	V30BF
V60BF	3,7	V60BF
B20BF	3,7	B20BF
BL2K	3,7	BL2K
V60BFB	3,9	V60BF
V15B	3,7	V15B

Bitumiliuoksista valmistetuista massoista tutkittiin ensisijaisista vaatimuksista (ks. luku 2.1.2) vedenkestävyys sekä työstettävyys, joiden lisäksi massojen tiheydet määritettiin laskennallisesti ohjeellisen koostumuksen sekä kiviaineksen ja bitumiliuosten tiheyksistä (Taulukko 20). Vedenkestävyyttä tutkittiin standardin mukaisella MYR-kokeella, ja työstettävyyttä tutkittiin luvussa 2 esitetyllä levyvastuskokeella, jota muunnettiin tutkimukseen sopivaksi. Vedenkestävyys tutkittiin vasta sekoitetuista, ”tuoreista” massoista ja työstettävyys eri-ikäisistä, ”tekeytyneistä” massoista. Vertailumassaksi työstettävyytustutkimuksiin valmistettiin massa V1500-bitumista.

**Taulukko 20: Laboratorio-osuudessa valmistetuista massoista tutkitut ominaisuudet**

Ominaisuus	Massan sideaine		Menetelmä / laite
	Bitumiliuos *	Bitumi **	
Massan maksimitiheys	X		SFS-EN 12697-5 C
Vedenkestävyys (MYR-koe)	X		SFS-EN 12697-12 C
Työstettävyys ***	X	X	Liite F / UTM-25

\* Massat V15BF, V30BF, V60BF, B20BF, BL2K ja V60BFB (Taulukko 19)

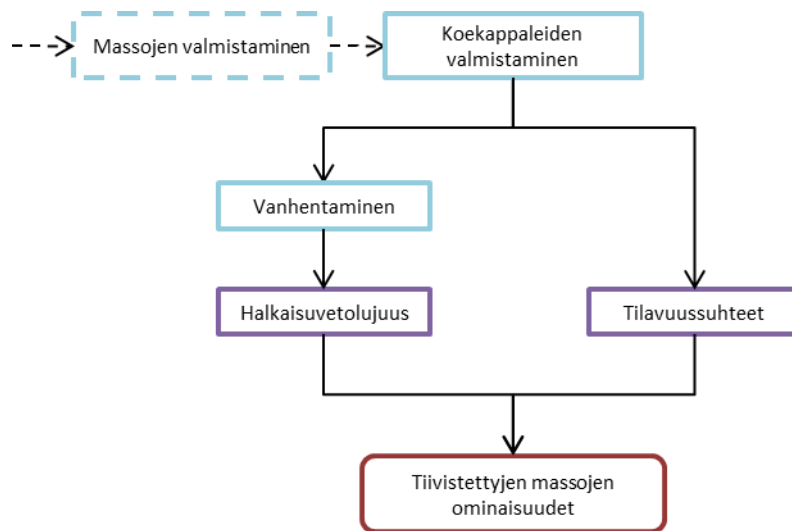
\*\* Massa V15B (Taulukko 19)

\*\*\* Työstettävyyden tutkittiin yhden ja neljän viikon ikäisistä massoista -10 °C:ssa sekä neljän viikon ikäisistä massoista 0 °C:ssa



### 3.4 Tiivistettyjen massojen tutkimukset

Tiivistettyjen massojen tutkimukset koostuivat halkaisuvetolujuuden määrittämisistä eri-ikäisistä koekappaleista, minkä perusteella massojen stabiliteetista ja sen kehityksestä sekä sideaineiden välisistä eroista saatiin hyvä käsitys. Riittävä stabiliteetti asetettiin luvussa 2.1.2 PAB-varastomassojen ensisijaiseksi vaatimukseksi. Lämpötilan vaikutusta koekappaleiden stabiliteettiin tutkittiin viikon ikäisistä näytteistä kahdessa eri lämpötilassa. Tiivistettyjen massojen tutkimussuunnitelma on esitetty kuvassa 20.



Kuva 20: Tiivistettyjen massojen tutkimusten suunnitelma

Tutkimuksessa käytetyt koekappaleet valmistettiin ICT-kiertotiivistimellä (ICT-150RB). Tiivistystyön määrä valittiin siten, että tiivistettyjen koekappaleiden tiheydet vastaisivat tiellä saavutettavia tiheyksiä (100 kierrosta). Koekappaleet tiivistettiin huoneenlämmössä ( $22 \pm 1$  °C) annostelemalla massa muovilaatikoista, joihin se oli sekoituksen jälkeen laitettu tekeytymään. Tiivistäminen aloitettiin, kun massojen valmistuksesta oli kulunut noin 24 tuntia. Kiertotiivistys tehtiin asettamalla normaalijännitykseksi 600 kPa, kulmaksi  $1^\circ$  ja tiivistysnopeudeksi 30 kierrosta minuutissa. Taulukossa 19 mainituista massoista (pois lukien V15B) valmistetuista koekappaleista tilavuussuhteet (tiheydet ja tyhjätilat) sekä halkaisuvetolujuudet stabiliteetin määrittämiseksi (Taulukko 13).

**Taulukko 21: Koekappaleista tutkitut ominaisuudet**

Ominaisuus	Aika koekappaleiden valmistuksesta			Menetelmä / laite
	1 vrk	7 vrk	28 vrk	
Halkaisuvetolujuus, 10 °C	X	X	X	SFS-EN 12697-23 / UTM-25
Halkaisuvetolujuus, -15 °C		X *		
Koekappaleiden tiheys hydrostaattisesti **	X			SFS-EN 12697-6 A
Koekappaleiden tiheys ulkomittamenetelmällä ***	X			SFS-EN 12697-6 D
Tyhjätila	X			SFS-EN 12697-8

\* Yhteensä seitsemän vuorokautta, josta yhden vuorokauden ajan säilytys -15 °C:ssa

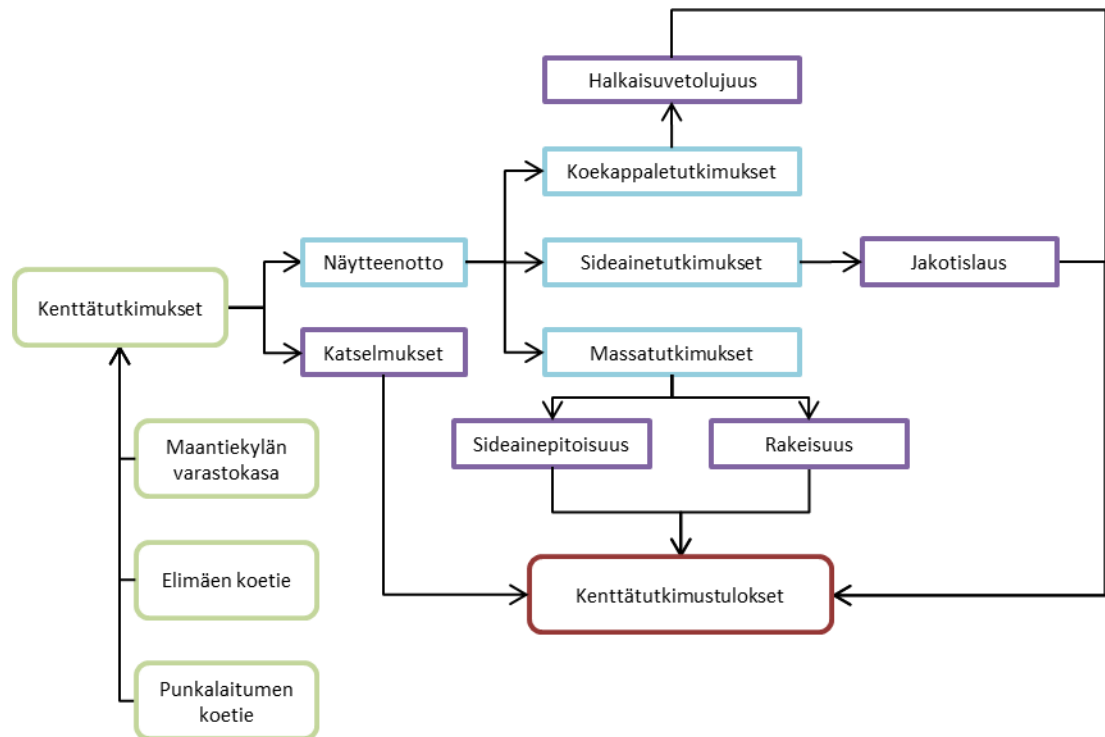
\*\* Neljä näytettä / massa

\*\*\* Ulkomitat tiivistysmuotin ja kiertotiivistimen ilmoittaman korkeuden mukaan

## 4 Kenttätutkimukset

### 4.1 Tutkimussuunnitelma

Kenttätutkimukset kohdistuivat biofluksatuista bitumeista ja vertailusideaineista valmistettuihin varastomassoihin sekä koeteihin. Kenttätutkimuskohteissa oli käytetty V1500-pohjaista biofluksattua bitumia (Nyflow Fv 600), joka vastasi koostumukseltaan (bitumipohja ja biofluksin osuus) laboratorio-osuudessa tutkittua V15BF-sideainetta. PAB-varastomassojen valmistamisen jälkeen niiden ominaisuudet muuttuvat sekä varastoinnin että levittämisen ja tiivistämisen jälkeen. Bioöljysoran ominaisuuksien muutoksia varastokasassa tutkittiin alle puolen vuoden kasavarastoinnin jälkeen. Bioöljysoran lisäksi varastoinnin vaikutuksia tavalliseen öljysoraan tutkittiin samanikäisestä varastomassasta. Levittämisen ja tiivistämisen jälkeisiä muutoksia tutkittiin koeteiltä otetuista näytteistä. Koeteiden seurannalla saatiin tietoa V15BF-sideainetta vastaavasta biofluksatusta bitumista valmistettujen massojen soveltuvuudesta tiepäälysteeksi. Kenttätutkimusten suunnitelma on esitetty kuvassa 21.



Kuva 21: Kenttätutkimusten suunnitelma

### 4.2 Sideainetutkimukset

Biofluksin haihtumista varastokasasta ja koeteiltä tutkittiin massanäytteiden sideaineen koostumuksesta. Biofluksatun bitumin koostumuksen tutkimisen perusteella voidaan arvioida varastokasoista ja päälysteistä tapahtuvaa biofluksin haihtumista. Biofluksin

liiallinen haihtuminen varastokasoista johtaisi huonosti työstettäviin varastomassoihin, mutta toisaalta biofluksin liian vähäinen haihtuminen johtaisi pehmeisiin päällysteisiin. Biofluksin haihtumista tutkittiin varastokasasta ja koeteiltä otetuista näytteistä määrittämällä biofluksin osuus simuloidulla jakotislauksella. Biofluksin haihtumiseroa päällysteen pinnasta ja pohjasta tutkittiin toiselta koetieltä otetuista näytteistä.

Destian Maantiekylän asfalttiasemalla valmistamien varastomassojen sideaineiden viskositeetit ja koostumukset on esitetty taulukossa 22.

**Taulukko 22: Varastokasamassoissa käytettyjen bitumiliuosten viskositeetit ja koostumukset**

Tunnus	Sideaine	Alkuperä	Viskositeetti, 60 °C	Liutotin	Seossuhde * (bitumipohja / liutotin)
			<i>mm<sup>2</sup>/s</i>		%
Maantie-V15BF	Nyflow Fv 600	Tuotanto	631	Biofluksi	94,7 / 5,3
Maantie-BL2K	BL2K	Tuotanto	583	Petroli + kaasuoöljy	87 / 13
Menetelmä			SFS-EN 12695		

\* ohjeellinen

Koeteillä käytetyt sideaineet on esitetty taulukoissa 23 ja 24. Nynas Oy toimitti koeteiden sideaineista biofluksatut bitumit (Eli-V15BF ja Punka-V15BF) sekä Punkalaitumen V1500-sideaineen (Punka-V15A). Elimäen V1500-sideaineen (Eli-V15A) toimittajana oli ExxonMobile Finland Oy. Nynasin sideaineet oli jalostettu venäläisestä maaöljystä, mutta ExxonMobilen tuotteen alkuperästä ei ollut tietoa.

**Taulukko 23: Koeteillä käytettyjen V1500-bitumien viskositeetit**

Bitumi	Alkuperä	Viskositeetti, 60 °C	Käyttökohde
		<i>mm<sup>2</sup>/s</i>	
Eli-15A	Tuotanto	1490	Vertailukaistan sideaine
Punka-15A	”	1260	Vertailukaistan sideaine
Eli-V15B	”	1490	Biofluksatun bitumin komponentti
Punka-15B	”	1260	Biofluksatun bitumin komponentti
Menetelmä		SFS-EN 12595	

**Taulukko 24: Koeteillä käytettyjen biofluksattujen bitumien koostumus ja alkuperä**

Bitumiliuos	Alkuperä	Bitumipohja	Seossuhde *
			(bitumipohja / biofluksi) %
Eli-V15BF	Tuotanto	Eli-V15B	6,4
Punka-V15BF	Tuotanto	Punka-V15B	5,5

\* ohjeellinen

Koeteiden biofluksattujen bitumeiden (Nyflow Fv 600) ominaisuudet on esitetty taulukossa 25.

**Taulukko 25: Koeteillä käytettyjen biofluksattujen bitumien (Nyflow Fv 600) ominaisuuksia**

Bitumiliuos	Viskositeetti		Leimahduspiste, PMcc	Haihdutusj. visk. 60 °C	Tiheys
	60 °C	135 °C			
	mm <sup>2</sup> /s	mm <sup>2</sup> /s	°C	mm <sup>2</sup> /s	kg/m <sup>3</sup>
Eli-V15BF	557	23,4	118	1130	964,9 (15 °C)
Punka-V15BF	551	22,3	133	1140	966,3 (25 °C)
Menetelmä	SFS-EN 12595	SFS-EN 12595	SFS-EN ISO 2719	SFS-EN 12595	SFS-EN ISO 12185

### 4.3 Kiviainestutkimukset

Destian varastokasamassojen kiviaines oli samaa kuin laboratorio-osuudessa käytetty kiviaines (ks. luku 3.2). Varastokasamassojen kiviainesta ei erikseen tutkittu, vaan sen oletettiin olevan hyvin samankaltaista kuin laboratorio-osuuden kiviaineksen. Punkalaitumen koetiellä käytetty kiviaines oli maksimiraekooltaan 16 millimetriä ja Elimäen koetiellä 11 millimetriä.

### 4.4 Varastokasa- ja koetiemassat ja tutkimusmenetelmät

Varastokasamassat oli valmistettu Destian Maantiekylän asfalttiasemalla joulukuussa 2009. Varastokasamassojen kiviaineksena oli käytetty Hiiskulan soramursketta. Sideaineina varastokasamassoissa olivat Maantie-V15BF sekä Maantie-BL2K, ja ohjeellinen sideainepitoisuus 3,8 % (Taulukko 26). Varastokasamassoissa oli käytetty tartuketta 1,0 % sideaineen massasta vedenkestävyyssominaisuuksien parantamiseksi. Varastokasoista haettiin näytteet toukokuussa 2010.

**Taulukko 26: Varastokasamassojen ominaisuuksia**

Tunnus	Sideaine *	Sideainepitoisuus **	Sekoituslämpötila
		%	°C
Maantie-BioÖS	Maantie-V15BF	3,8	105
Maantie-ÖS	Maantie-BL2K	3,8	105

\* Taulukko 22

\*\* Ohjeellinen

Koetiemassojen ominaisuuksia on esitetty taulukossa 27. Kumpikin massa oli sekoitettu lämpimänä kosteaan kiviainekseen. Elimäellä tartuketta oli 0,8 % ja Punkalaitumella 0,7 % sideaineen massasta.

**Taulukko 27: Koetiemassojen ominaisuuksia**

Tunnus	Sideaine *	Sideainepitoisuus	Asfalttilaji	Sekoituslämpötila	Kiviaineksen vesipitoisuus
		%		°C	%
Eli-BioÖS	Eli-V15BF	3,5	PAB-V11	50 – 55	2,6
Eli-PAB	Eli-V15A	”	PAB-V11	”	”
Punka-BioÖS	Punka-V15BF	3,6	PAB-V16	”	3,8
Punka-PAB	Punka-V15A	”	PAB-V16	”	”

\* Taulukot 23 ja 25

Maantiekylän varastomassoista tutkittiin ainoastaan liuottimien osuuksia sideaineista (luku 4.2) sekä massoista tiivistettyjen koekappaleiden halkaisuvetolujuudet (luku 4.5). Koetiemassoista määritettiin lisäksi sideainepitoisuudet (SFS-EN12697-1) ja kiviaineksen rakeisuudet (SFS-EN 933-1). Koetiemassojen sideainepitoisuuden määrittämisen yhteydessä otettiin sideaineen ja metyleenikloridin liuos talteen. Liuoksista otettiin näytteet simuloitua tislausta varten ennen metyleenikloridin haihduttamista. Näytteiden ottamisen jälkeen metyleenikloridi haihdutettiin (PANK-1003). Haihdutetusta näytteestä määritettiin biofluksin osuus simuloidulla tislauksella, minkä perusteella voitiin arvioida rotavaporissa tapahtuvaa biofluksin haihtumista. Rotavaporilla haihdutetut sideaineet ovat tunnuksiltaan Eli-V15BFH ja Punka-V15BFH. Elimäen koetieltä otettiin bioöljysorakaistalta kaksi lisänäytettä lokakuun alussa 2010. Toinen näytteistä otettiin päällysteen pinnasta ja toinen pohjasta. Pintanäytteessä on massaa noin yhden senttimetrin syvyydelle saakka ja pohjanäytteessä päällysteen alimman senttimetrin matkalta. Kumpikin näyte oli kooltaan muutamia satoja grammoja, joista liuotettiin näytteet jakotislausta (SFS-EN 15199-2) varten.

#### **4.5 Koekappaleiden valmistus ja tutkimusmenetelmät**

Bioöljysoran stabiliteetin pitkän aikavälin muuttumista tutkittiin varastokasasta ja koeteiltä otetuista massanäytteistä. Oletuksena oli, että bioöljysorien stabiliteetti kasvaa vanhenemisen myötä. Varastokasamassoista ja koetiemassoista valmistettiin koekappaleet kuten laboratoriomassoista (ks. luku 3.4). Varastokasa- ja koetiemassoista valmistettujen koekappaleiden tilavuustietoja ei määritetty. Koska varastokasamassoissa on sama kiviaines kuin laboratoriomassoilla, voidaan varastokasamassoista valmistettujen koekappaleiden tilavuussuhteiden olettaa olevan hyvin lähellä laboratoriomassoista valmistettujen koekappaleiden tilavuussuhteita. Elimäellä koetien aikaan valmistetusta varastomassasta on määritetty tyhjätilan suuruuksia ulkomittojen perusteella laskennallisella massantiheydellä, jolloin viiden koekappaleen tyhjätilojen keskiarvoksi saatiin 11,9 % (keskihajonta 1,1 %). Stabiliteetin tutkimiseksi määritettiin tiivistetyistä varastokasa- ja koetiemassoista halkaisuvetolujuudet (SFS-EN 12697-23).

#### **4.6 Koetiekatselmukset**

Vuonna 2008 valmistuneille koeteille järjestettiin kaksi seurantakäyntiä vuoden 2010 kesän ja syksyn alussa. Koetiekatselmuksissa arvioitiin teiden yleistä kuntoa ja otettiin näytteitä. Katselmuksessa kiinnitettiin huomiota koeteiden vaurioihin, ja niiltä mitattiin urautuminen suuntaa antavasti oikolaudalla ja rullamitalla.

## 5 Tutkimustulokset

### 5.1 Laboratorio-osuus

#### 5.1.1 Sideainetutkimukset

##### *Tehtävät 1 ja 2*

Bitumiliuoksien komponenttina käytetyistä bitumeista määritettiin viskositeetit 60 ja 135 °C lämpötiloissa (Taulukko 28). Viskositeetit ovat lähellä luokituksen mukaisia arvoja.

**Taulukko 28: Bitumiliuoksissa käytettyjen bitumien viskositeetit 60 ja 135 °C:ssa**

Bitumi	Viskositeetti, 60 °C	Viskositeetti, 135 °C
	$mm^2/s$	$mm^2/s$
V15A	1420	37,3
V30A	2920	52,5
V60A	5660	71,6
B20A	38,2 Pas	171

Taulukossa 29 on esitetty bitumiliuosten viskositeetit kapillaarisesti määritettyinä eri vanhentamiskäytöiden jälkeen.

**Taulukko 29: Alkuperäisten ja vanhennettujen bitumiliuosten viskositeetit**

Bitumiliuos	Alkuperäinen		Haihdutettu	Stabiloitu	PAV-käsitelty
	$mm^2/s$	$mm^2/s$			
Lämpötila, °C	60	135	60	60	60
V15BF	674	25,2	764	1290	1,39
V30BF	587	24,1	847	2650	2,97
V60BF	622	25,2	1010	5170	7,64
B20BF	646	24,7	1,23 Pas	18,9 Pas	129
BL2K	551	25,0	2920	5910	12,2

Alkuperäisten bitumiliuosten viskositeettimääritykset reometrillä rotaatiotilassa on esitetty taulukossa 30.



**Taulukko 30: Alkuperäisten bitumiliuosten viskositeetit eri lämpötiloissa reometrillä rotaatiotilassa määritettyinä**

Lämpötila	V15BF	V30BF	V60BF	B20BF	BL2K
	<i>Pas</i>	<i>Pas</i>	<i>Pas</i>	<i>Pas</i>	<i>Pas</i>
20	48,02	36,04	35,37	29,22	21,62
30	10,81	8,974	9,851	8,988	6,887
40	3,425	2,955	3,342	3,190	2,687
50	1,370	1,200	1,350	1,301	1,230
60	0,6372	0,5774	0,6398	0,6145	0,6085
70	0,3300	0,3111	0,3400	0,3287	0,3274
80	0,1865	0,1791	0,1961	0,1912	0,1920
90	0,1157	0,1124	0,1225	0,1201	0,1250
100	0,07625	0,0746	0,08128	0,08011	0,08267

Taulukossa 31 ovat alkuperäisten bitumiliuosten leimahduspiste- ja tiheysmääritykset.

**Taulukko 31: Alkuperäisten bitumiliuosten leimahduspisteet ja tiheydet**

Bitumiliuos	Leimahduspiste, PMcc	Tiheys, 15 °C *	Tiheys, 25 °C *	Tiheys, 50 °C
	°C	kg/m <sup>3</sup>	kg/m <sup>3</sup>	kg/m <sup>3</sup>
V15BF	141	966,9	960,8	945,8
V30BF	127	966,3	960,2	945,2
V60BF	122	969,2	963,1	948,0
B20BF	110	966,7	960,6	945,6
BL2K	80	969,4	963,3	942,2*

\* Määritetty menetelmän ASTM D 4311 mukaisesti 50 tai 60 °C tiheyksistä

\*\* 60 °C

Bitumien ja bitumiliuosten kompleksiset leikkausmoduuleiden ja vaihekulmien mittaustulokset on esitetty liitteessä G (Taulukot G.1 – G.5) siinä laajuudessa kuin niitä on käytetty tulosten tarkastelussa.

Eri vaiheissa määritetyt SARA-fraktiot on esitetty taulukossa 32.

**Taulukko 32: Bitumipohjien SARA-fraktiot ja bitumiliuosten SARA-fraktiot ja niiden muutokset**

Bitumiliuos		Alkuperäinen	Haihdutettu	Stabiloitu	PAV-käsitelty	Bitumipohja
		%	%	%	%	%
V15BF	Tyyd.	13,6	14,5	14,6	14,4	13,7
	Arom.	56,9	57,5	57,5	46,2	60,3
	Harts.	22,2	21,4	21,4	33,9	19,5
	Asf.	7,4	6,4	6,4	5,5	6,3
V30BF	Tyyd.	13,2	12,4	11,8	12,6	10,8
	Arom.	54,0	54,4	54,9	43,8	56,8
	Harts.	23,2	24,4	24,6	36,4	23,7
	Asf.	9,5	8,8	8,7	7,1	8,5
V60BF	Tyyd.	11,4	10,9	10,6	10,4	9,8
	Arom.	56,2	51,1	52,5	42,5	54
	Harts.	21,6	26,8	26,2	37,4	25,4
	Asf.	10,8	11,1	10,6	9,7	10,7
B20BF	Tyyd.	8,9	9,0	7,2	5,4	5,4
	Arom.	52,4	48,8	47,7	39,8	52,5
	Harts.	23,7	26,8	29,6	42,0	26,9
	Asf.	15,0	15,4	15,3	12,7	15,2
BL2K	Tyyd.	8,3	8,4	8,3	8,3	-
	Arom.	59,1	61,2	54,1	43,0	-
	Harts.	22,3	20,4	29,2	40,3	-
	Asf.	10,4	9,9	8,3	8,3	-

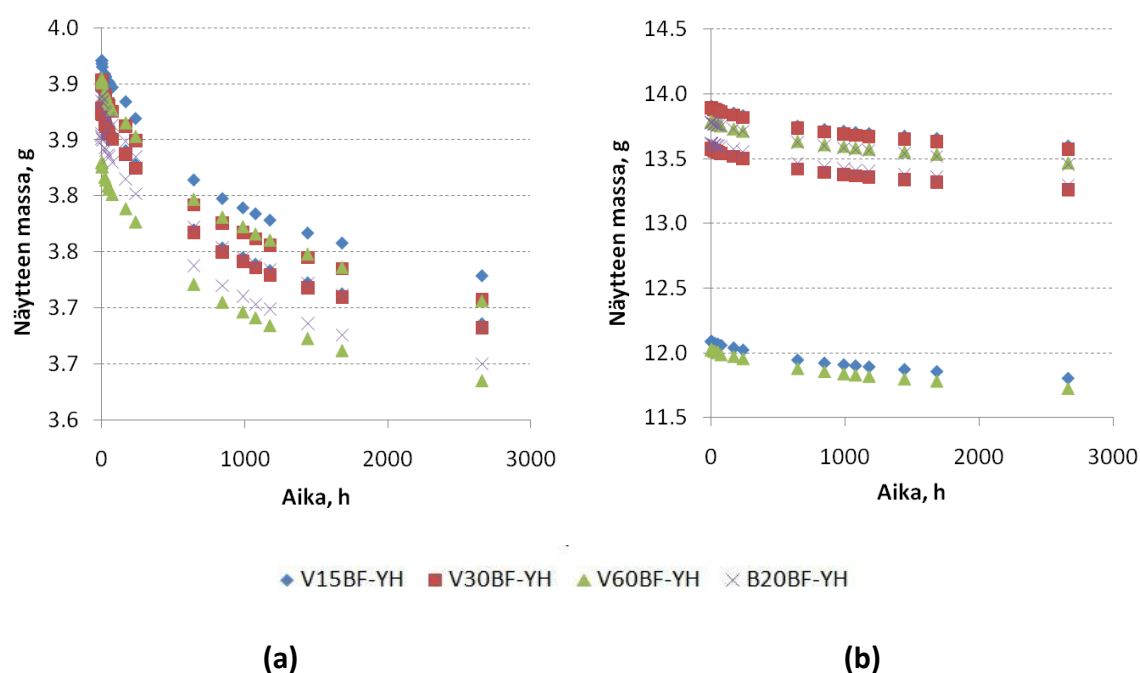
Taulukossa 33 on esitetty bitumiliuosten liuottimen haihtuminen tutkimuksen eri vaiheissa.

**Taulukko 33: Ohjeelliset ja mitatut liuotinmäärät eri tutkimusvaiheissa (kiehumispiste  $\leq 360$  °C)**

Bitumiliuos	Ohjeellinen	Alkuperäinen	Haihdutettu	Stabiloitu
	%	%	%	%
V15BF	5,5	4,8	4,4	1,9
V30BF	9,2	8,2	6,6	1,8
V60BF	11,5	10,4	8,3	2,2
B20BF	18,0	17,0	13,9	5,2
BL2K	14	14,1	7,1	4,6

### Tehtävä 3

Haihdutuskokeen tulokset on esitetty kuvissa Kuva 22a (1 mm) ja b (3 mm). Mittaustulokset on esitetty liitteen H taulukoissa H.1 ja H.2.



**Kuva 22: Biofluksin haihtuminen eri bitumipohjista – mittaustulokset (a = 1 mm ja b = 3 mm kalvopaksuudella)**

### 5.1.2 Kiviaines

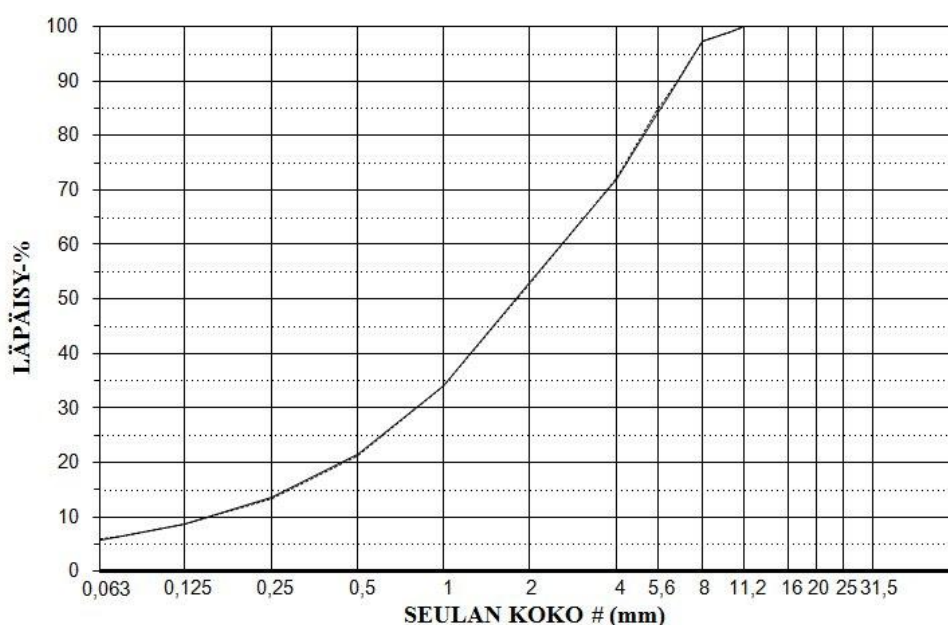
Hiiskulan soramurskeen hienoinen täyttää PAB-massoille asetetun vaatimuksen (Taulukko 34). Kiviaineksesta tutkittiin lisäksi murtopintaisuus, jolle on soramurskeen tapauksessa asetettu vaatimuksia Asfalttinormeissa. Hiiskulan soramurske osoittautui hyvin murtopintaiseksi, sillä 77 % rakeista oli joko kokonaan tai osittain murtopintaisia ja vain 5 % täysin pyöreitä.

**Taulukko 34: Hiiskulan soramurskeesta tutkitut ominaisuudet ja vaatimukset (TR = täysin pyöreä, R = osittain pyöreä, C = osittain murtopintainen ja TC = täysin murtopintainen)**

Kiviaines	Kiviaineksen kiintotiheys	Hienoaineksen kiintotiheys	Hienoaineksen tyhjätila	Murtopintaisuus			
	kg/m <sup>3</sup>	kg/m <sup>3</sup>	%	%			
Hiiskula	2681	2704	40,3	TR	R	C	TC
				5	18	22	55
Vaatus *	-	-	28 – 45	TR ≤ 30			
				C + TC ≥ 50			

\* Asfalttinormit 2008 (PANK ry 2007)

Kuvassa 23 on esitetty kahdesta näytteestä määritetyt rakeisuudet, jotka ovat PAB-massojen kiviainekselle tyypillisiä.



Näyte	Seulakoko, mm									
	0,063	0,125	0,25	0,5	1	2	4	5,6	8	11,2
1	5,8	8,6	13,5	21,5	34,1	52,9	72,0	84,3	97,4	100,0
2	5,9	8,6	13,4	21,2	34,1	52,7	72,2	84,9	97,2	100,0

**Kuva 23: Hiiskulan soramurskeen rakeisuudet (näytteillä 1 ja 2 oli käytännössä sama rakeisuus)**

### 5.1.3 Tiivistämätön asfalttimassa

#### *Massojen tiheydet ja vedenkestävyys*

Massa- ja koekappaletutkimuksia varten valmistettujen PAB-massojen laskennalliset tiheydet ja MYR-arvot on esitetty taulukossa 35.

**Taulukko 35: Massa- ja koekappaletutkimuksissa käytettyjen laskennalliset tiheydet sekä MYR-arvot**

Massa	Massan tiheys, 25 °C	MYR-arvo
	<i>kg/m<sup>3</sup></i>	
V15BF	2515	0,2
V30BF	2514	0,0
V60BF	2515	0,1
B20BF	2512	0,1
BL2K	2516	0,1
V60BFB	2502	0,2

### ***Työstettävyysskoekokeiden tulokset***

Massojen työstettävyysskoekokeiden mittaustulokset on esitetty taulukoissa 36 – 38 testilämpötilan ja -ajankohdan mukaan.

**Taulukko 36: 7 vuorokauden ikäisten massojen työstettävyys (-10 °C)**

Massa	Näyte 1	Näyte 2	Näyte 3	Keskiarvo	Keskihajonta
	<i>kN</i>	<i>kN</i>	<i>kN</i>	<i>kN</i>	<i>kN</i>
V15BF	0,997	0,966	0,847	0,937	0,0792
V30BF	0,820	0,749	0,733	0,767	0,0463
V60BF	0,625	0,707	0,677	0,670	0,0415
B20BF	0,786	0,812	0,678	0,759	0,0711
BL2K	1,012	1,151	1,159	1,110	0,0827
V60BFB	0,835	0,767	0,680	0,761	0,0777
V15B	2,659	2,681	2,918	2,750	0,144

**Taulukko 37: 28 vuorokauden ikäisten massojen työstettävyyss (-10 °C)**

Massa	Näyte 1	Näyte 2	Näyte 3	Keskiarvo	Keskihajonta
	<i>kN</i>	<i>kN</i>	<i>kN</i>	<i>kN</i>	<i>kN</i>
V15BF	0,744	0,894	0,923	0,854	0,0961
V30BF	0,860	0,834	0,703	0,799	0,0841
V60BF	0,987	0,959	0,875	0,940	0,0583
B20BF	0,981	0,928	1,010	0,973	0,0416
BL2K	1,856	1,713	1,761	1,780	0,0728
V60BFB	0,873	0,900	0,921	0,898	0,0241
V15B	2,964	2,911	1,773 *	2,550	0,673

\* Poikkeava arvo, ei ole mukana tulosten tarkastelussa

**Taulukko 38: 28 vuorokauden ikäisten massojen työstettävyyss (0 °C)**

Massa	Näyte 1	Näyte 2	Näyte 3	Keskiarvo	Keskihajonta
	<i>kN</i>	<i>kN</i>	<i>kN</i>	<i>kN</i>	<i>kN</i>
V15BF	0,356	0,324	0,322	0,334	0,0191
V30BF	0,324	0,361	0,322	0,336	0,0220
V60BF	0,274	0,281	0,262	0,272	0,00961
B20BF	0,373	0,405	0,398	0,392	0,0168
BL2K	0,418	0,412	0,390	0,407	0,0147
V60BFB	0,249	0,300	0,291	0,280	0,0272
V15B	*	0,562	0,517	0,540	0,0318

\* Määrittäminen epäonnistui

#### 5.1.4 Tiivistetty asfalttimassa

##### *Koekappaleiden tiheydet ja tilavuussuhteet*

Hydrostaattisella menetelmällä määritettyjä tiheyksiä voidaan pitää luotettavampina kuin ulkomitoista laskemalla saatuja, sillä hydrostaattinen menetelmä ottaa huomioon koekappaleiden pinnan epätasaisuuden. Lisäksi ulkomittamenetelmässä yksittäisiä koekappaleita ei mitattu ja punnittu, vaan laskennassa käytettiin kiertotiivistimen ilmoittamia korkeuksia, tiivistysmuottien keskimääräistä halkaisijaa ja muottiin laitettun materiaalin massaa. Hydrostaattisella menetelmällä saadut tiheydet olivat keskimäärin 1,014 kertaa suurempia kuin ulkomittojen perusteella lasketut tiheydet (Liite I). Koska PAB-massoista tiivistetyt koekappaleet murenevät helposti, ei

halkaisuvetolujuustesteissä käytettyjen kappaleiden tiheyksiä määritetty hydrostaattisesti. Koekappaleiden tilavuussuhteet laskettiin korjattujen kappaleitiheyksien (laskentatiheys) ja massan tiheyden perusteella (Taulukko 39). Koekappaleita säilytettiin testaukseen saakka huoneenlämmössä.

**Taulukko 39: Koekappaleiden tiheydet ja tilavuussuhteet, suluissa keskihajonnat (n = 20)**

Massa	Tiheys *	Laskenta- tiheys **	Tyhjätila	Kiviaineksen tyhjätila	Täyttöaste
	kg/m <sup>3</sup>	kg/m <sup>3</sup>	%	%	%
V15BF	2185 (7,4)	2215 (7,5)	11,9 (0,30)	20,4 (0,27)	41,6 (0,68)
V30BF	2184 (5,1)	2214 (5,1)	12,0 (0,20)	20,5 (0,18)	41,7 (0,47)
V60BF	2190 (5,0)	2220 (5,1)	11,7 (0,20)	20,3 (0,18)	42,2 (0,48)
B20BF	2183 (3,2)	2213 (3,2)	11,9 (0,13)	20,6 (0,11)	42,1 (0,30)
BL2K	2178 (4,5)	2208 (4,6)	12,2 (0,18)	20,7 (0,16)	40,8 (0,41)
V60BFB	2194 (4,8)	2224 (4,9)	11,1 (0,19)	20,3 (0,17)	45,5 (0,21)

\* Ulkomittamenetelmällä

\*\* Kertoimella 1,014 korjattu tiheys (Liite I)

### ***Koekappaleiden halkaisuvetolujuudet***

Koekappaleiden halkaisuvetolujuuksien keskiarvot ja keskihajonnat on esitetty taulukossa 40. Yksittäiset tulokset on esitetty liitteen J taulukossa J.1.

**Taulukko 40: Koekappaleiden halkaisuvetolujuuksien keskiarvot ja keskihajonnat 10 ja -15°C:ssa**

Ikä	HVL 10 °C, kPa				HVL -15 °C, kPa			
	1 vrk		7 vrk		28 vrk		7 vrk	
Massa	ka. *	kh. **	ka.	kh.	ka.	kh.	ka.	kh.
V15BF	43,7	3,4	43,3	3,5	47,3	3,5	346	12,1
V30BF	39,4	1,3	38,6	2,4	41,8	3,1	271	20,6
V60BF	46,1	3,1	50,3	1,7	57,1	4,0	340	12,3
B20BF	45,8	1,7	55,1	1,6	66,1	4,8	331	14,6
BL2K	45,6	2,7	45,9	3,0	61,9	6,0	423	35,0
V60BFB	45,6	2,5	47,7	1,3	50,5	4,2	341	17,0

\* Keskiarvo (n = 5)

\*\* Keskihajonta (n = 5)

## 5.2 Kenttätutkimukset

### 5.2.1 Sideaine

Koetie- ja varastokasanäytteiden sideaineiden liuottimien määrät on esitetty taulukossa 41.

**Taulukko 41: Varastokasoista ja koeteiltä otettujen näytteiden mitatut liuotinmäärät (kiehumispiste  $\leq 360$  °C)**

Sideaine	Mitatettu liuotinmäärä
	<i>m-%</i>
Eli-V15BF	5,0
Eli-V15BFH *	4,0
Eli-V15BF-pinta	3,0
Eli-V15BF-pohja	5,9
Punka-V15BF	5,9
Punka-V15BFH *	4,5
Maantie-V15BF	4,8
Maantie-BL2K	7,8

\* Sideaineen talteenoton (SFS-EN 12697-1) ja metyleenikloridin haihduttamisen (PANK-1003) jälkeen

### 5.2.2 Massa

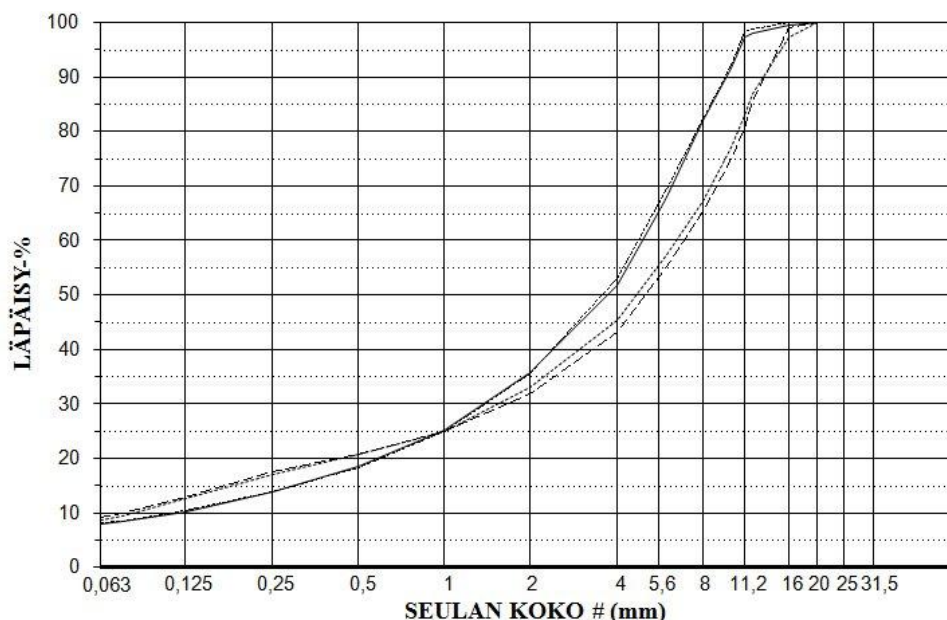
Koeteiltä otettujen näytteiden sideainepitoisuudet poikkesivat molempien koeteiden osalta suunnitelluista pitoisuuksista (Taulukko 42). Elimäen PAB-näytteessä sideainepitoisuus havaittiin 0,2 prosenttiyksikköä suunnittelupitoisuutta suuremmaksi ja bioöljysoranäytteessä saman verran pienemmäksi. Punkalaitumella sideainepitoisuudet olivat noin 0,1 prosenttiyksikköä suunnittelupitoisuutta pienempiä.

**Taulukko 42: Koetieltä otettujen näytteiden sideainepitoisuudet**

Massa	Sideainepitoisuus	
	Suunniteltu	Havaittu
	%	%
Eli-BioÖS	3,5	3,3
Eli-PAB	3,5	3,7
Punka-BioÖS	3,6	3,5
Punka-PAB	3,6	3,5



Koeteiden massanäytteiden rakeisuudet on esitetty kuvassa 24. Elimäen koetiemojen maksimirakekokoiksi saatiin 11 millimetriä ja Punkalaitumen 16 millimetriä, kuten oli tiedossa. Samalta koetieltä otettujen rinnakkaisten näytteiden (PAB- ja bioöljysora) rakeisuudet olivat keskenään yhtenäiset.



Näyte	Seulakoko, mm											
	0,063	0,125	0,25	0,5	1	2	4	5,6	8	11,2	16	20
Eli-BioÖS	7,9	10,2	13,9	18,4	25,1	35,7	51,8	65,3	82,0	97,3	99,6	100,0
Eli-PAB	8,0	10,3	13,7	18,1	24,8	35,6	52,9	66,8	82,2	98,2	100,0	100,0
Punka-BioÖS	8,7	12,5	17,1	20,6	25,0	33,0	45,2	55,5	67,3	83,1	97,3	100,0
Punka-PAB	9,1	12,9	17,5	20,7	24,8	31,8	43,2	53,1	65,2	80,6	99,0	100,0

**Kuva 24: Koeteiden massanäytteiden rakeisuudet (Elimäki 0/11, Punkalaidun 0/16)**

### 5.2.3 Koekappaleiden halkaisuvetolujuudet

Koetie- ja varastokasamassoista otetuista massanäytteistä valmistettujen koekappaleiden halkaisuvetolujuuksien keskiarvot ja keskihajonnat on esitetty taulukoissa 43 ja 44. Yksittäiset tulokset on esitetty liitteen J taulukoissa J.2 ja J.3.

**Taulukko 43: Koeteiltä kesällä 2010 otetuista massanäytteistä tehtyjen koekappaleiden halkaisuvetolujuuksien keskiarvot ja keskihajonnat, 10 °C (n = 6)**

Massa	Halkaisuvetolujuuksien keskiarvo	Keskihajonta
	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>
Eli-BioÖS	102	7,0
Eli-PAB	185	13,7
Punka-BioÖS	93,0	13,3
Punka-PAB	175	6,9

**Taulukko 44: Kuuden kuukauden ikäisistä varastokasamassoista tehtyjen koekappaleiden halkaisuvetolujuuksien keskiarvot ja keskihajonnat, 10 °C (n = 6)**

<b>Massa</b>	<b>Halkaisuvetolujuuksien keskiarvo</b>	<b>Keskihajonta</b>
	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>
Maantie-BioÖS	103	3,9
Maantie-BL2K	160	11,2

## 6 Tutkimustulosten tarkastelu

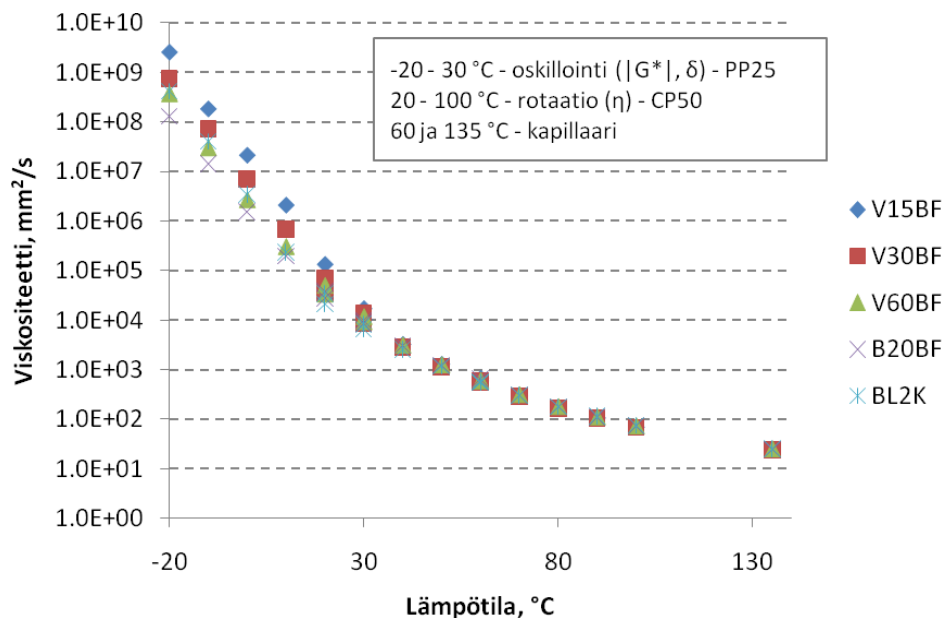
### 6.1 Bitumiliuosten ominaisuudet

#### 6.1.1 Bitumiliuosten perusominaisuudet

Erilaisten biofluksattujen bitumien valmistaminen onnistui kohtalaisen hyvin. Biofluksin määrät erosivat tavoitearvoista jakotislauksen mukaan maksimissaan noin yhden prosenttiyksikön verran. V30BF-sideaineen viskositeetti 60 °C:ssa määritettynä oli biofluksatuista bitumeista pienin (587 mm<sup>2</sup>/s) ja V15BF:n suurin (674 mm<sup>2</sup>/s).

Viskositeetit 135 °C:ssa olivat kaikilla bitumiliuoksilla lähes samansuuruisia. Suhteelliset erot viskositeeteissa pienenevät hieman korkeammissa lämpötiloissa. Suurempi biofluksimäärä johti matalampaan leimahduspisteeseen, mikä viittaa biofluksin voimakkaampaan haihtumiseen. Biofluksattujen bitumien leimahduspisteet ovat selvästi yli BL2K:sta määritetyn leimahduspisteen ja BL2K:lle asetetun vaatimuksen (55 °C). V60BF ja BL2K tiheydet olivat hieman suurempia kuin muiden bitumiliuosten.

Tuoreiden bitumiliuosten viskositeetit määritettiin kapillaarimäärittysten lisäksi reometrillä rotaatiotilassa sekä laskettiin kompleksisen leikkausmoduulin ja vaihekulman perusteella alhaisissa lämpötiloissa (Kaava 2). Viskositeeteissa on havaittavissa koostumuksen vaikutus bitumiliuoksen ominaisuuksiin.



Kuva 25: Bitumiliuosten viskositeetit eri lämpötiloissa

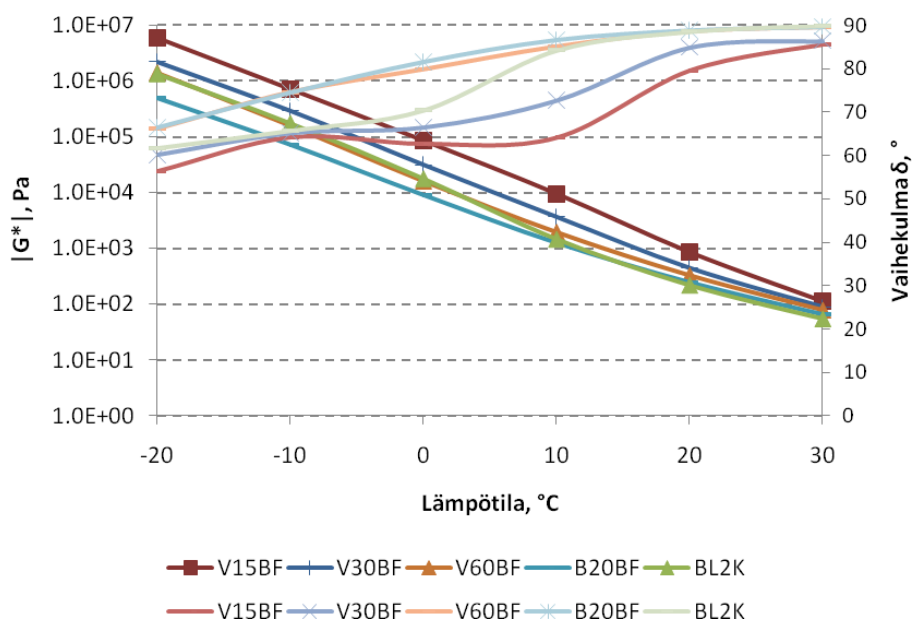
Alhaisissa lämpötiloissa eri menetelmillä määritetyt viskositeetit eroavat toisistaan osin merkittävästi (Taulukko 45). Kompleksisesta leikkausmoduulista ja vaihekulmasta lasketut viskositeetit 20 ja 30 °C:ssa poikkeavat selvästi rotaatiolla määritetyistä

viskositeeteista siten, että pehmeämpi bitumipohja ja pienempi biofluksiosuus johti suurempiin viskositeetteihin. Vastaavasti biofluksatuista bitumeista rotaatiolla määritetyt viskositeetit olivat pienempiä kuin kapillaarisesti määritetyt viskositeetit 60 °C:ssa. V30BF viskositeetit rotaatiolla määritettynä poikkeavat oskillointimäärittämisestä siten, että eroa V60BF-liuokseen ei ole (20 °C) tai se on vastakkainen (30 °C). Mahdollisia syitä V30BF-liuoksen poikkeavuuteen voisi esittää rakenteen muutoksista, mutta tehtyjen tutkimusten perusteella ei varmaa selitystä voida antaa.

**Taulukko 45: Eri menetelmillä määritettyjen bitumiliuosten viskositeettien erot 20, 30 ja 60 °C:ssa**

Menetelmä	Lämpötila	V15BF	V30BF	V60BF	B20BF	BL2K
	°C	mm <sup>2</sup> /s	mm <sup>2</sup> /s	mm <sup>2</sup> /s	mm <sup>2</sup> /s	mm <sup>2</sup> /s
Oskillointi	20	134000	68900	50900	37700	33700
Rotaatio	20	46300	34700	34200	28100	20900
Suhde		2,90	1,98	1,49	1,34	1,61
Oskillointi	30	17200	13500	12000	9900	8360
Rotaatio	30	10400	8590	9460	8610	6610
Suhde		1,66	1,57	1,27	1,15	1,26
Rotaatio	60	599	542	603	577	573
Kapillaari	60	674	587	622	646	551
Suhde		0,89	0,92	0,97	0,89	1,04

Bitumiliuoksista määritetyt kompleksiset leikkausmoduulit ja vaihekulmat yhden hertsin kuormitustaajuudella on esitetty kuvassa 26. Kompleksiset leikkausmoduulit ja vaihekulmat eroavat selvästi bitumiliuosten välillä. Pehmeämpi bitumipohja ja pienempi biofluksin määrä on 30 °C:ssa ja sen alapuolella johtanut jäykempään ja elastisempaan sideaineeseen. Sideaineen elastisuus kasvaa, kun vaihekulma pienenee ja moduuli kasvaa.



**Kuva 26: Bitumiliuosten kompleksiset leikkausmoduulit ja vaihekulmat lämpötilan funktiona,  $f = 1 \text{ Hz}$**

Havainnot kompleksisista leikkausmoduuleista ja vaihekulmista ovat samansuuntaisia rotaatiolla 20 ja 30 °C:ssa määritettyjen viskositeettien kanssa, mutta erot moduulissa ja vaihekulmassa ovat selvemmät kuin viskositeeteissa (Taulukko 46).

**Taulukko 46: Bitumiliuosten kompleksiset leikkausmoduulit ja vaihekulmat 20 ja 30 °C:ssa**

Sideaine	20 °C		30 °C	
	$ G^* $	$\delta$	$ G^* $	$\delta$
	Pa	°	Pa	°
V15BF	852	79,5	112	85,5
V30BF	441	84,9	88	86,4
V60BF	330	88,7	79	89,7
B20BF	245	88,9	65	89,7
BL2K	219	88,5	55	89,9

### 6.1.2 Biofluksin viskositeetti

Taulukossa 47 on esitetty biofluksin viskositeetti määritettynä takaisinlaskennan avulla kaavan 1 avulla. Takaisinlaskennassa käytettiin bitumiliuoksiin lisätyn biofluksin määrää sekä mitattuja viskositeetteja (Taulukko 47).

**Taulukko 47: Takaisinlaskennalla saadut biofluksien viskositeetit eri menetelmien mukaan**

Menetelmä	Sideaine	Bitumiliuoksen mitattu viskositeetti, 60 °C	Bitumipohja		Biofluksi	
			Osuus	Mitattu viskositeetti, 60 °C	Osuus	Laskennallinen viskositeetti, 60 °C
		$mm^2/s$	%	$mm^2/s$	%	$mm^2/s$
Kapillaari	V15BF	647	94,5	1420	5,5	<b>2,77</b>
	V30BF	587	90,8	2920	9,2	<b>2,00</b>
	V60BF	622	88,5	5660	11,5	<b>1,94</b>
	B20BF	646	82,0	36700	18,0	<b>2,03</b>
Reometri *	V15BF	599	94,5	1530	5,5	<b>1,84</b>
	V30BF	542	90,8	3000	9,2	<b>1,80</b>
	V60BF	603	88,5	5880	11,5	<b>1,85</b>
	B20BF	577	82,0	47300	18,0	<b>1,78</b>

\* Bitumipohjan viskositeetti laskettiin oskillointituloksista ja bitumiliuoksen viskositeetti määritettiin rotaatiolla

Biofluksin viskositeetin keskiarvoksi 60 °C saatiin 2,19  $mm^2/s$  kapillaariviskositeeteista laskettuna ja 1,82 reometrituloksista laskettuna (Taulukko 48). Reometrituloksista laskettuna biofluksin viskositeetille saatiin huomattavasti pienempi keskihajonta ja variaatiokerroin kuin kapillaariviskositeeteista laskettuna, mikä viittaisi siihen, että reometrillä päästiin kapillaarimäärytyksiä parempaan sisäiseen tarkkuuteen.

**Taulukko 48: Biofluksin laskettujen viskositeettien keskiarvot, keskihajonnat ja variaatiokertoimet**

Menetelmä	Viskositeetti, 60 °C	Keskihajonta	Variaatiokerroin *
	$mm^2/s$	$mm^2/s$	%
Kapillaari	2,19	0,39	17,9
Reometri	1,82	0,03	1,8

\* Keskihajonnan suhde keskiarvoon

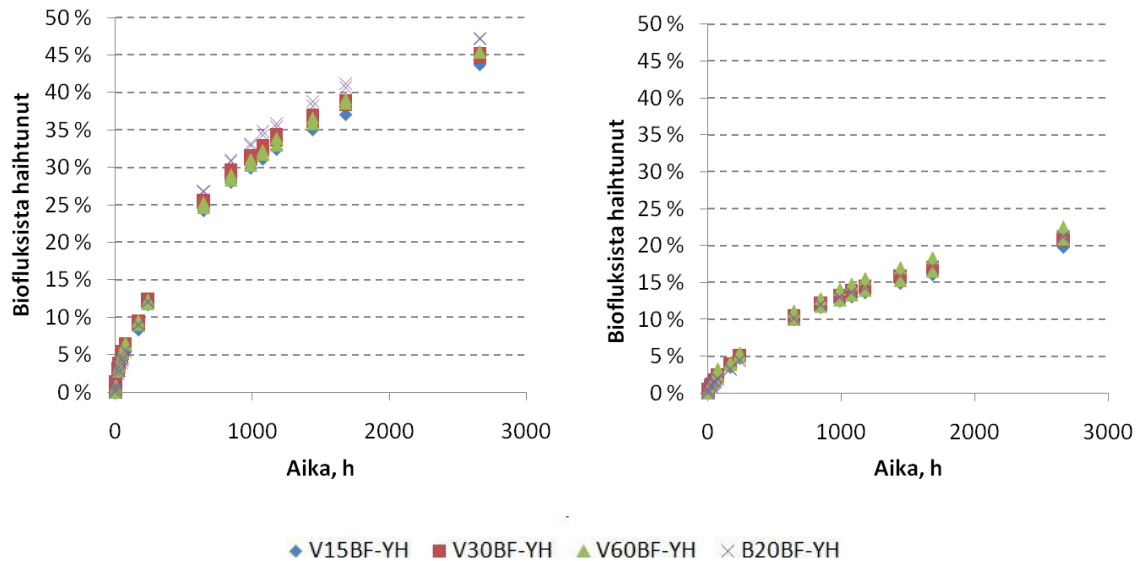
### 6.1.3 Bitumipohjan vaikutus biofluksin haihtumiseen

Tehtävässä 3 bitumipohjan vaikutusta biofluksin haihtumiseen tutkittiin liitteen D mukaisella haihdutuskokeella (Kuva 27). Haihtuneen biofluksin määrät suhteessa alkuperäisen biofluksin määrään laskettiin (tulokset kuvissa 28a ja b) haihdutuskokeen punnitustuloksista (Taulukot H.1 ja H.2). Biofluksi näyttäisi haihtuvan aavistuksen nopeammin jäykimmästä 160/220-bitumista (B20BF-YH) yhden millimetrin kalvopaksuudella, mutta vastaavaa eroa ei kolmen millimetrin kalvopaksuudella ollut

havaittavissa. Viimeisten mittausten perusteella biofluksia oli haihtunut paksuudeltaan kolminkertaisesta bitumikalvosta noin puolet ohuemman kalvon haihtumismäärästä. Kahdessa näytteessä oli mittaustulosten perusteella virheellinen kalvopaksuus, mikä näkyi punnitustuloksissa pienempinä massoina. Kuvan 28b suuremmat biofluksin haihtumisosuudet V15BF-YH- ja V60BF-YH-näytteissä ovat seurausta hieman pienemmästä näytemäärästä ja siten kalvopaksuudesta. Kolmen millimetrin näytteiden haihdutusastioissa oli noin 13 millimetriä näytteen pinnan yläpuolelle ulottuva reunus, mikä on saattanut heikentää haihtumista kyseistä astioista. Havainnot eivät tue kirjallisuudessa ilman tarkempia perusteluita esitettyä väitettä, jonka mukaan jäykempi bitumipohja johtaa kevyiden komponenttien heikompaan haihtumiseen (Garber, Hoel 1988), ja yhden millimetrin kalvopaksuudella tilanne näyttäisi olevan päinvastainen.



**Kuva 27: Lähikuva haihdutusastioista kokeen aikana (vasemmalla 3 mm ja oikealla 1 mm kalvo)**



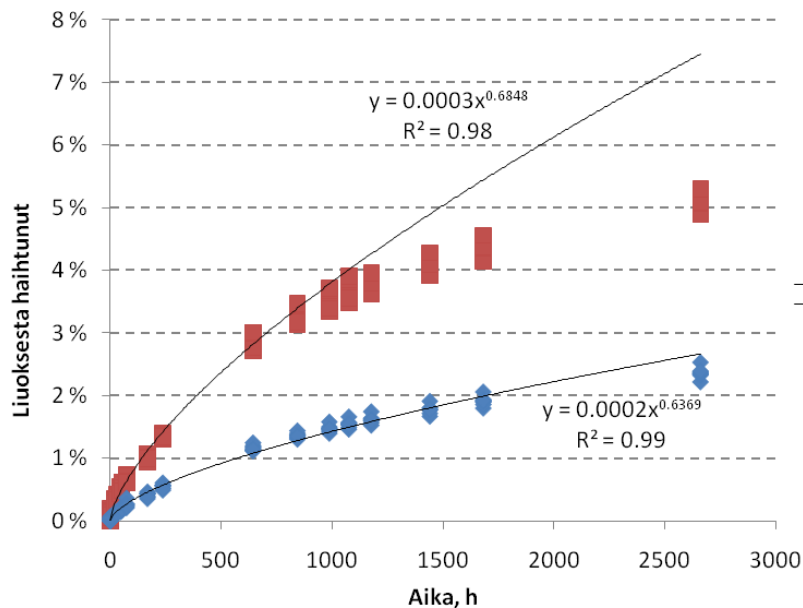
(a)

(b)

**Kuva 28: Biofluksin haihtuminen eri bitumipohjista (a = 1 mm ja b = 3 mm kalvo )**

Haihdutuskokeen mittaustuloksista laskettuihin koko bitumiliuosnäytteiden massan muutoksiin sovitetut potenssifunktiot (Kuva 29) antavat ajasta riippuvalle liuosten haihtumiselle eksponentin 0,6848 (1 mm) ja 0,6369 (3 mm). Fingas (1997) taulukon (vertaa Kuva 7a) mukaan biofluksatun bitumin haihtumista hallitsee 3 – 4 komponenttia (eksponentin arvo välillä 0,994 ja 0,588). Fingas tutkimien näytteiden paksuudesta ei ole tarkkaa tietoa, mutta ne vaihtelivat ilmeisesti muutamissa milleissä. Epävarmuutta vertailuun tuo biofluksin haihtuminen bitumiliuoksesta, jolloin haihtumisolosuhteet ovat erilaiset kuin puhtaasta biofluksista, sekä tässä tutkimuksessa käytetty pidempi havaintojakso. Yhden millimetrin bitumikalvon osalta käyrän sovitus eroaa havainnosta tuhannen tunnin (noin 42 vrk) jälkeen merkittävästi, mutta 3 millimetrin kalvon osalta vastaavaa ei ole havaittavissa. Mahdollisesti biofluksin haihtumisnopeus muuttuu merkittävästi, kun siitä on haihtunut noin kolmasosa, joka saattaisi vastata kaikkein kevyimpien komponenttien haihtumista. Toisaalta näytteiden pinnalle saattoi muodostua kokeen aikana haihtumista hidastava kalvo, minkä vaikutusta tuloksiin ei tehtyjen tutkimusten perusteella voitu arvioida.





Kuva 29: Bitumiliuosten massamuutoksiin sovitetut potenssifunktiot

## 6.1.4 Bitumiliuosten vanheneminen

### 6.1.4.1 Muutokset koostumuksessa

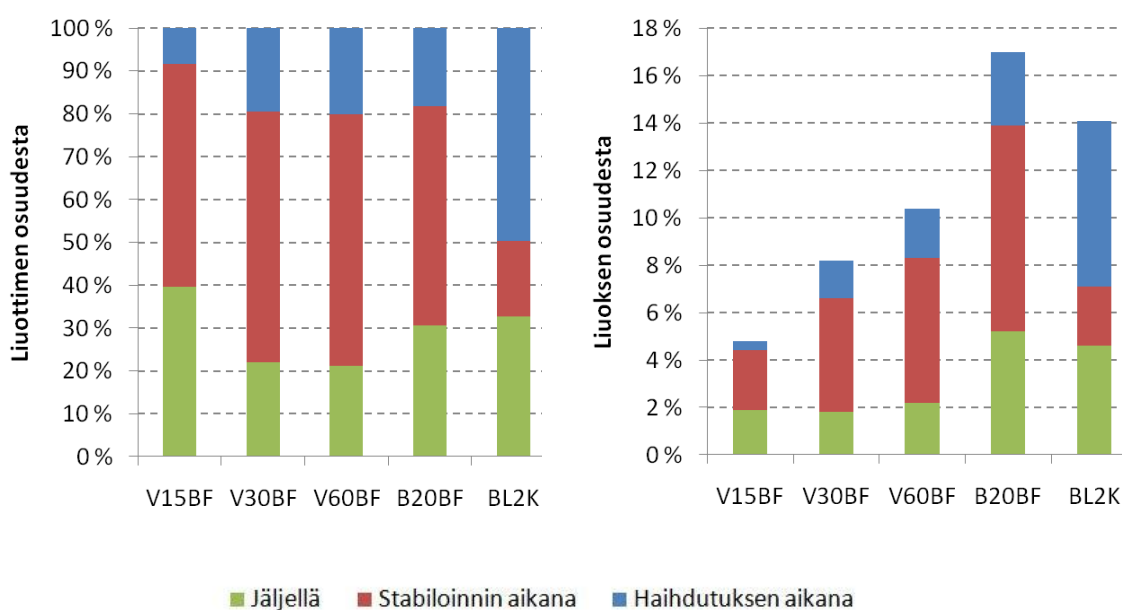
#### *Biofluksin osuus*

Tehtävän 2 mukaiset laboratoriovanhentamisen aiheuttamat muutokset näkyivät selvästi bitumiliuosten liuottimien määrissä (Taulukko 49). Liuottimien haihtuminen eri vanhentamiskäsittelyiden jälkeen on esitetty kuvassa 30 (vasen). Kuvassa 30 (oikea) on esitetty myös liuottimen osuuden muutokset suhteessa koko liuokseen. Stabiloinnin jälkeen liuoksissa jäljellä oleva liuotinmäärä on alkuperäisen liuotinmäärän mukaisessa järjestyksessä. Kuten liuottimien tislausalueista voisi päätellä, haihtui BL2K:n kevyt liuotin (petroli) haihdutuksessa voimakkaasti, eikä kevyttä komponenttia ollut enää havaittavissa haihdutuksen jälkeen (liuottimista on haihtunut 50 %, joka on sama kuin kevyen liuottimen osuus). Biofluksista haihtui V30BF-, V60BF- ja B20BF-liuoksista haihdutuksen aikana noin 20 % alkuperäisistä liuottimien määristä, mutta V15BF-liuoksesta vain noin 10 %. Stabiloinnin jälkeen BL2K:n ja biofluksattujen bitumiliuosten haihtuneen liuottimen suhteellinen osuus oli lähellä toisia. Biofluksin haihtuminen V15BF-bitumiliuoksesta oli suhteellisesti pienintä sekä haihdutuksen (noin 8 % biofluksista haihtunut) että stabiloinnin (noin 60 %) yhteydessä. B20BF erottautui stabiloinnin jälkeen V30BF:n ja V60BF:n suhteellisesta haihtumisnopeudesta. Stabiloinnin jälkeen B20BF- ja BL2K-sideaineiden liuottimista oli haihtunut noin 70 % ja V30BF- ja V60BF-sideaineista noin 80 %. Stabiloinnin jälkeen biofluksien osuudet

V15BF- V30BF- ja V60BF-liuoksista olivat noin 2 % (1,9, 1,8 ja 2,2 %) ja B20BF-liuoksessa 5,2 %.

**Taulukko 49: Liuottimen haihtuminen eri vanhentamiskäsittelyiden jälkeen liuottimen määrästä (laskettu taulukon 33 tuloksista)**

Sideaine	Alkuperäinen	Haihdutettu	Stabiloitu
	%	%	%
V15BF	0,0	8,3	60,4
V30BF	0,0	19,5	78,0
V60BF	0,0	20,2	78,8
B20BF	0,0	18,2	69,4
BL2K	0,0	49,6	67,4



(a)

(b)

**Kuva 30: Liuottimen haihtuminen vanhentamiskäsittelyiden jälkeen suhteessa liuottimen osuuteen ja koko liuokseen (a = suhteessa alkuperäiseen liuottimen osuuteen, b = suhteessa koko liuokseen)**

Apilon (1996) mukaan öljysoran sideaineen tisleiden määrä laskee jo muutamassa vuodessa noin neljään (3,5 – 4,5) tilavuusprosenttiin riippumatta haihtuvien komponenttien alkuperäisestä osuudesta. Toropaisen (1989) mukaan parissa vuodessa öljysoran sideaineesta haihtuisi korkeintaan 8 % eli noin 60 – 70 % liuottimen

alkuperäisestä määrästä (12 – 14 %). Stabiloidussa BL2K:ssa oli liuotinta jäljellä 4,6 prosenttia eli stabilointi kuvaisi päällysteen koko kestoiän aikaista haihtumista.

Biofluksin haihtuminen varastokasasta ja koeteiden päällysteestä osoitti haihtumisen olevan vähäistä (Taulukko 50). Elimäen koetietä otetussa näytteessä oli simuloidun tislauksen perusteella haihtunut noin 22 % biofluksista. Vastaavasti Punkalaitumen koetietä ei ole määrittämisen (+7,3 %) mukaan haihtunut biofluksia lainkaan. Liuottimeksi on tässä tarkastelussa laskettu kaikki 360 °C:een mennessä tislautunut materiaali. Punkalaitumen tapauksessa massanäyte sisälsi luultavasti ulkopuolista kevyttä liuotinta 0,5 % (kiehumispiste  $\leq 225$  °C), mikä näkyi liuotinmäärän kasvuna, kun sitä verrattiin lisättyyn liuotinmäärään.

**Taulukko 50: Liuottimen haihtuminen varastokasista ja koeteiden päällysteistä**

Sideaine	Ikä	Lisätty liuotin	Havaittu liuotin *	Muutos	Kohde
	kk	%	%	%-yks. / %	
Eli-V15BF	19	6,4	5,0	-1,4 / -21,9	Koetie
Eli-V15BFH	19	6,4	4,0	-2,4 / -37,5	Koetie
Eli-V15BF	24	6,4	3,0	-3,4 / -53,1	Koetie, pinta
Eli-V15BF	24	6,4	5,9	-0,5 / -7,8	Koetie, pohja
Punka-V15BF	22	5,5	5,9	0,4 / 7,3	Koetie
Punka-V15BFH	22	5,5	4,5	-1,0 / -18,2	Koetie
Maantie-V15BF	5 (9)**	5,3	4,8	-0,5 / -9,4	Varastokasa
Maantie-BL2K	5 (9)**	13	7,8	-5,2 / -40,0	Varastokasa

\* Kiehumispiste  $\leq 360$  °C

\*\* Näytteenotto 5 kuukauden kuluttua ja analysointi 9 kuukauden kuluttua massan valmistuksesta

Näytteiden analysoinnin perusteella biofluksin haihtumisessa päällysteen pinnasta ja pohjasta on merkittävä ero. Pinnasta biofluksista oli määrittämisen mukaan haihtunut noin 50 %, mutta pohjasta vain vajaat 10 %. Haihtumisosuudet vastaavat melko hyvin V15BF-liuoksen laboratoriohaihdutuksen (8,3 %) ja -stabiloinnin (60,4 %) jälkeisiä osuuksia.

Maantiekylän varastokasista otetuista näytteistä tutkittiin biofluksin osuus syyskuussa 2010. Toukokuun näytteenoton jälkeen varastokasamassat varastoitiin 10 litran muovikämpäreissä. Tutkitut näytteet otettiin kämpäreiden pohjilta. Kämpärin pohjilta otetut näytteet vastaavat todennäköisesti hyvin toukokuun tilannetta. Varastokasassa biofluksista oli haihtunut talven ja kevään aikana (5 kk) noin 10 %, mikä vastaa päällysteen pohjasta kahdessa vuodessa haihtuneen biofluksin määrää. BL2K:sta oli vastaavasti haihtunut noin 40 %.

Metyleenikloridin haihdutuksen (PANK-1003) vaikutuksia biofluksin määrään tutkittiin määrittämällä biofluksin osuudet metyleenikloridia sisältävistä näytteistä (Eli-V15BF ja Punka-V15BF) sekä haihdutetuista näytteistä (Eli-V15BFH ja Punka-V15BFH). Tulosten perusteella rotavaporilla tehdyn haihdutuksen yhteydessä biofluksista haihtui 1,0 – 1,4 prosenttiyksikköä eli noin 20 – 24 % biofluksin määrästä. Biofluksin haihtuminen rotavaporissa heikentää haihdutettujen bitumiliuosten jatkotutkimusten luotettavuutta.

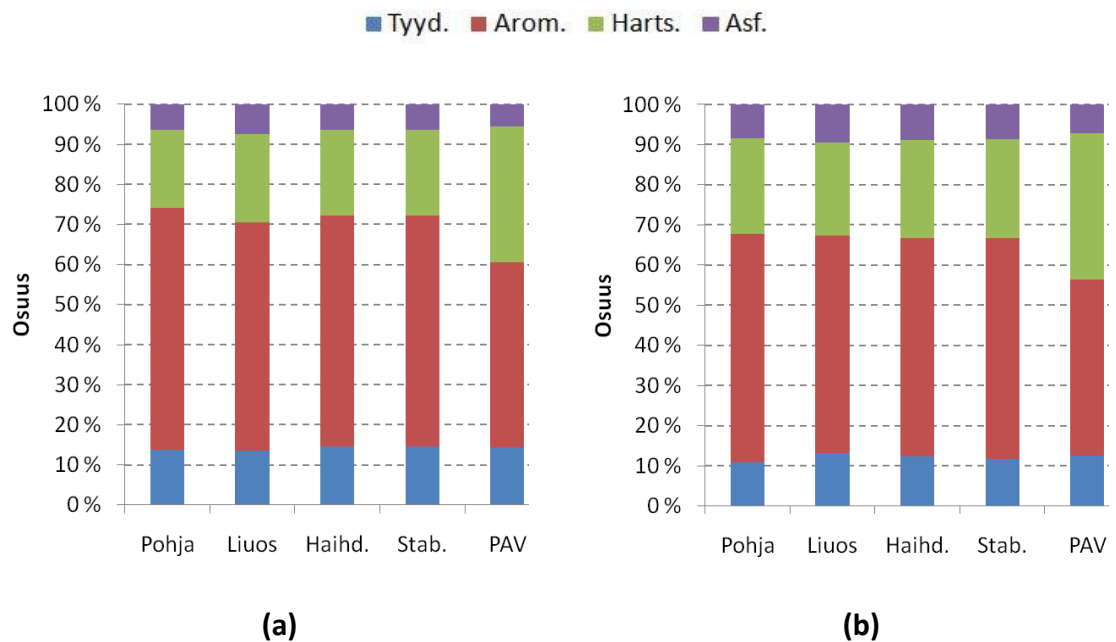
Kun laboratoriovanhentamisen tuloksia (V15BF osalta) verrataan varastokasoista saatuihin tuloksiin, voidaan haihdutuksen arvioida vastaavan karkeasti talven yli varastokasassa vanhentunutta bitumiliuosta. Koeteiden osalta tuloksien analysointi on hankalampaa, sillä Elimäen ja Punkalaitumen tulokset poikkeavat toisistaan merkittävästi. Elimäen koetien perusteella voidaan kuitenkin sanoa, että biofluksista voi haihtua kahdessa vuodessa noin viidennes. Punkalaitumen koetieltä otetun näytteen perusteella biofluksia ei ole haihtunut lainkaan kahdessa vuodessa. Laboratoriohaihdutus saattaisi tutkimustulosten perusteella vastata 1 – 2 vuoden vanhenemista varastokasassa tai tiellä.

### ***SARA-fraktiot***

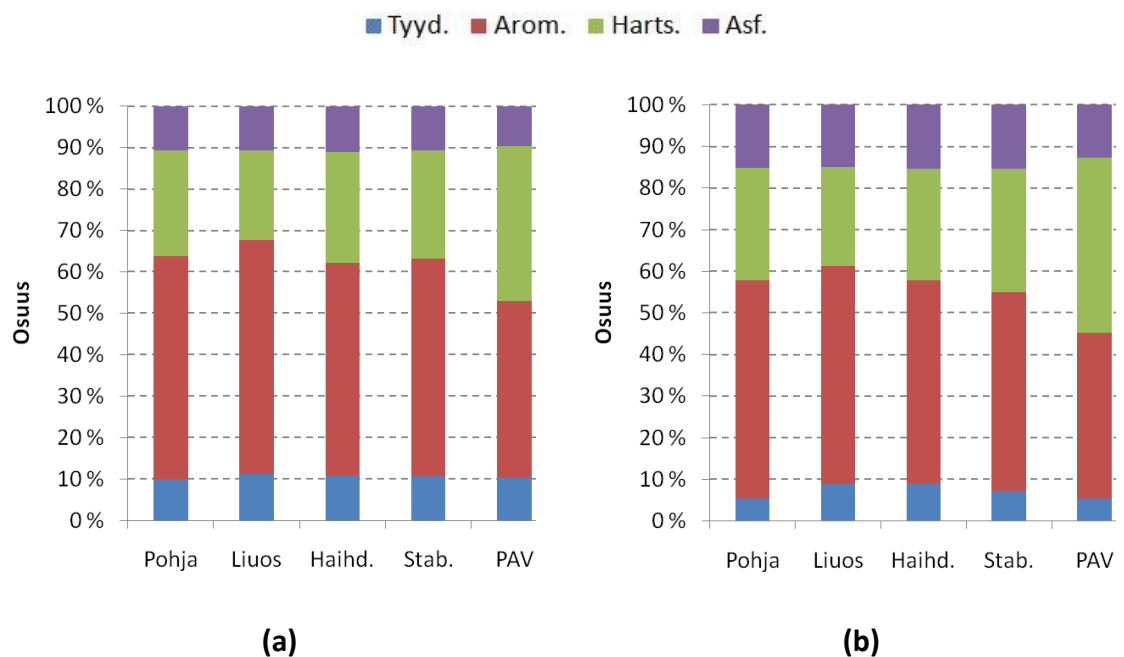
Liuottimien osuuden lisäksi bitumiliuoksista määritettiin SARA-fraktiot alkuperäisistä bitumiliuoksista sekä tehtävän 2 eri vanhentamisvaiheiden jälkeen. Tuloksissa ovat mukana myös bitumipohjien SARA-fraktiot. Selvimmät muutokset SARA-fraktioissa ovat havaittavissa aromaattien ja hartsien määrissä siten, että vanhenemisen myötä bitumiliuosten aromaattien osuus pienenee ja hartsien osuus kasvaa (Kuvat 31– 33). Tulos on yhtäpitävä kirjallisuudessa esitettyjen havaintojen kanssa. Toisaalta useassa lähteessä mainitaan asfalteenien osuuden selvä kasvaminen vanhenemisen myötä, mutta bitumiliuoksissa selvää asfalteenien osuuden kasvua ei ollut havaittavissa. Ennemmin pitkäaikaisvanhentamisen jälkeen havaitut asfalteeniosuudet olivat pienempiä kuin ennen pitkäaikaisvanhentamista.

Koska biofluksi koostuu alkaaneista, pitäisi lisätyn biofluksin osuus olla selvästi havaittavissa alkuperäisten bitumiliuosten SARA-fraktioissa. Kuitenkin esimerkiksi 160/220-bitumipohjaan lisätty 18 prosentin biofluksimäärä yhdessä bitumipohjan alkuperäisten tyydyttyneiden hiilivetyjen kanssa näkyi ohutlevykromatografisissa tutkimuksissa vain 8,9 prosentin osuutena, joka oli toki suurempi kuin alkuperäinen 5,4 prosenttia. 160/220-bitumipohjan tapauksessa biofluksin lisäys näkyi tyydyttyneiden hiilivetyjen lisäyksenä (3,5 %-yks.) ja hartsien osuuden pienentymisenä (3,2 %-yks.). Toisessa ääripäässä V1500-bitumipohjassa tyydyttyneiden hiilivetyjen osuus ei kasvanut, mutta hartsien ja asfalteenien osuus kasvoi sekä aromaattien osuus pieneni. Todennäköisesti liuottimet olivat ainakin osittain haihtuneet applikoinnin aikana tai kulkeutuneet ja haihtuneet ensimmäisen eluentin mukana, mikä selittäisi odotusten

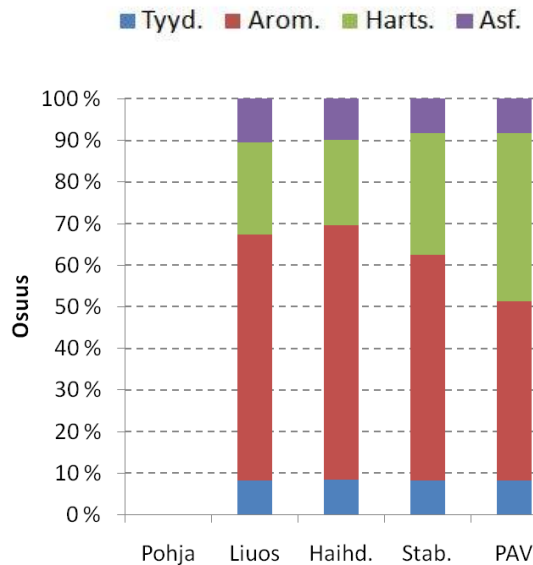
vastaiset havainnot. SARA-fraktiointi TLC-FID-menetelmällä ei siis luultavasti antanut tuloksia bitumiliuosten fraktioiden osuuksista ja niiden muutoksista vaan ainoastaan bitumipohjien osuuksista ja muutoksista.



Kuva 31: Muutokset (a) V15BF- ja (b) V30BF-bitumiliuoksen SARA-fraktioissa



Kuva 32: Muutokset (a) V60BF- ja (b) B20BF-bitumiliuoksen SARA-fraktioissa



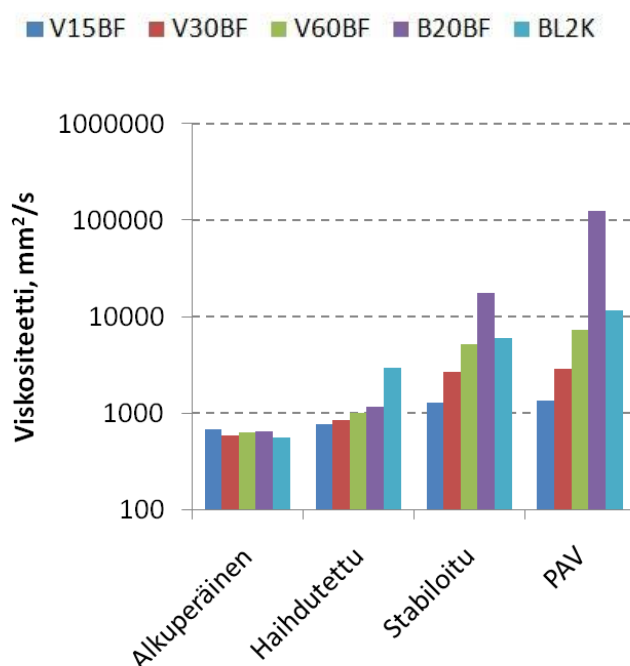
**Kuva 33: Muutokset BL2K:n SARA-fraktioissa**

#### **6.1.4.2 Muutokset reologiassa**

##### **Viskositeetti**

Bitumiliuosten viskositeetit 60 °C:ssa tehtävän 2 vanhentamiskäsittelyiden jälkeen on esitetty kuvassa 34a ja b sekä taulukossa 51. Haihdutuksen jälkeen bitumiliuoksista V30BF, V60BF ja B20BF oli haihtunut biofluksia prosentuaalisesti yhtä paljon, mikä johti viskositeettien asettumiseen bitumipohjien mukaiseen järjestykseen. V15BF-liuoksen alhaista viskositeettia selittää bitumipohjan lisäksi myös liuottimen suhteellisesti pienempi haihtuminen. BL2K:n kevyen komponentin voimakas haihtuminen havaittiin selvästi suurimpana viskositeettina haihdutuksen jälkeen.

Stabiloitujen biofluksattujen bitumiliuosten viskositeetti 60 °C:ssa noudattaa bitumipohjien viskositeettia. Stabiloiduissa liuoksissa oli vielä biofluksia jäljellä, eivätkä viskositeetit vastanneet vielä bitumipohjien viskositeettia. B20BF:n viskositeetti oli noin puolet bitumipohjan viskositeetista, mutta muiden osalta viskositeetit olivat vain hieman bitumipohjien viskositeetteja pienempiä. BL2K:n pohjan viskositeetti ei ollut tiedossa, mutta se lienee ollut lähellä 6000 mm<sup>2</sup>/s, jolloin stabiloitu BL2K olisi hyvin lähellä bitumipohjan viskositeettia.



Kuva 34: Bitumiliuosten viskositeettimuutokset 60 °C:ssa vanhentamisen seurauksena

Taulukko 51: Bitumiliuosten viskositeettimuutokset 60 °C:ssa vanhentamisen seurauksena

Sideaine	Alkuperäinen	Haihdutettu	Stabiloitu	PAV-käsitelty	Bitumipohja
	<i>mm<sup>2</sup>/s</i>	<i>mm<sup>2</sup>/s</i>	<i>mm<sup>2</sup>/s</i>	<i>mm<sup>2</sup>/s</i>	<i>mm<sup>2</sup>/s</i>
V15BF	674	764	1290	1330 **	1420
V30BF	587	847	2650	2850 **	2920
V60BF	622	1010	5170	7330 **	5660
B20BF	646	1160 *	17800 **	124000 **	36700 **
BL2K	551	2920	5910	11700 **	-

\* Laskettu dynaamisesta viskositeetista käyttäen alkuperäisen bitumiliuoksen tiheyttä

\*\* Laskettu dynaamisesta viskositeetista olettaen sideaineen tiheydeksi 960 kg/m<sup>3</sup>

Vertailun vuoksi sideaineiden viskositeetit laskettiin myös kompleksisista leikkausmoduuleista ja vaihekulmista. Vertailu suoritettiin niiden viskositeettien osalta, joista oli mittaustulokset 60 °C:ssa. Oskillointituloksista ja kapillaarisista määrittämisistä saadut viskositeetit on esitetty taulukossa 52. 160/220-pohjainen bitumiliuos (B20BF) poikkeaa selvästi kaikissa määrittämisissä. Lisäksi PAV-käsiteltyjen näytteiden oskillointituloksista määritetyt viskositeetit ovat selvästi suuremmat kuin kapillaarisesti määritetyt viskositeetit. PAV-käsitellyt näytteet sisälsivät käsittelyn jälkeen pieniä ilmakuplia, jotka saattoivat vaikuttaa mittaustuloksiin ja vieläpä eri menetelmiä käytettäessä. Erot menetelmien välillä ovat huomattavasti pienempiä kuin

alkuperäisten bitumiliuosten oskillointi- ja rotaatitulosten väliset erot 20 ja 30 °C:ssa. Myös leikkausnopeus oskilloinnissa ja kapillaarisessa määrittäyksessä ovat erilaisia.

**Taulukko 52: Eri menetelmillä määritettyjen viskositeettien erot 60 °C:ssa**

Sideaine	Menetelmä	V15BF	V30BF	V60BF	B20BF	BL2K
		$mm^2/s$	$mm^2/s$	$mm^2/s$	$mm^2/s$	$mm^2/s$
Bitumipohja	Oskillointi *	1530	3000	5880	47300	-
	Kapillaari	1420	2920	5660	36700	-
	Suhde	1,08	1,03	1,04	1,29	-
Stabiloitu	Oskillointi **	-	-	5560	24200	6380
	Kapillaari	-	-	5170	17800	5910
	Suhde	-	-	1,08	1,36	1,08
PAV-käsitelty	Oskillointi **	1540	3410	8820	159000	15500
	Kapillaari	1330	2850	7330	124000	11700
	Suhde	1,16	1,20	1,20	1,28	1,32

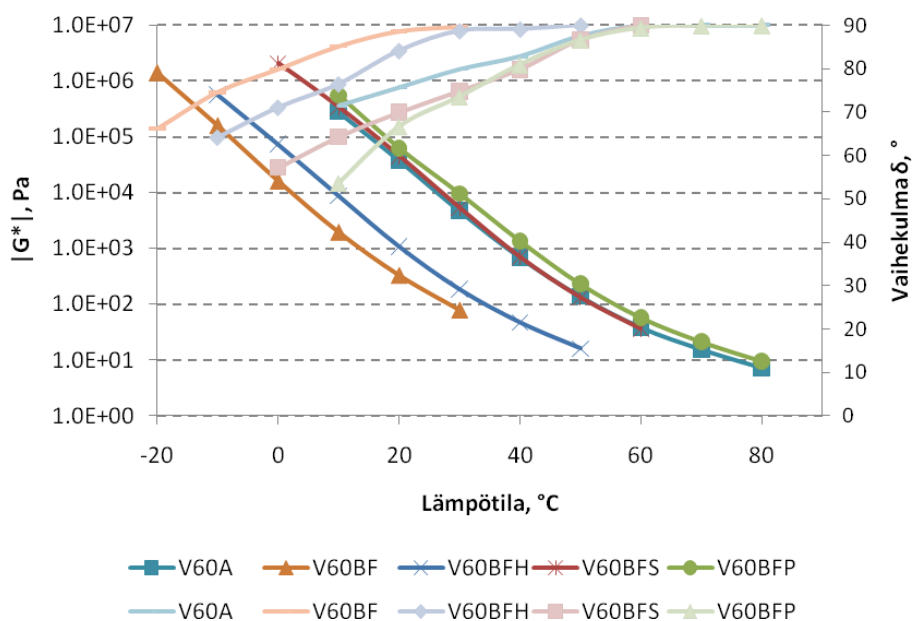
\* Laskettu dynaamisesta käyttäen alkuperäisen bitumiliuoksen tiheyttä

\*\* Laskettu dynaamisesta viskositeetista olettaen sideaineen tiheydeksi 960 kg/m<sup>3</sup>

### ***Kompleksiset leikkausmoduulit ja vaihekulmat***

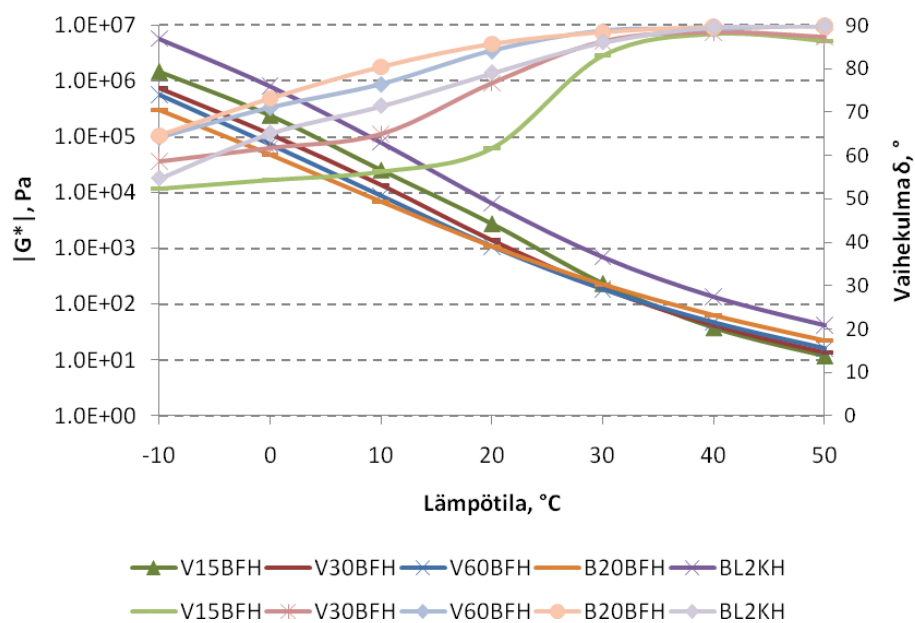
Muutokset sideaineissa näkyivät selvästi kompleksisista leikkausmoduuleista ja vaihekulmista, jotka sideaineen jäykistymisen lisäksi kertovat viskoosisuuden ja elastisuuden suhteesta. Kuvassa 35 on esitetty V6000-pohjaisen bitumiliuoksen kompleksiset leikkausmoduulit ja vaihekulmat vanhentamiskäsittelyiden jälkeen (muiden bitumiliuosten kompleksiset leikkausmoduulit ja vaihekulmat on esitetty kuvissa G.1 – G.4). Kaikkien bitumiliuosten kompleksiset leikkausmoduulit kasvoivat ja vaihekulmat pienenivät vanhenemisen myötä. Haihdutetut liuokset olivat tutkimusten mukaan hieman lähempänä alkuperäisiä bitumiliuoksia kuin bitumipohjia. Stabiloidut V15BF-, V30BF- ja V60BF-liuokset vastasivat bitumipohjia jäykkyydeltään, mutta elastisuus oli hieman kasvanut V30BF- ja V60BF-liuoksissa. Bitumipohjaltaan jäykin B20BF-liuos oli stabiloinninkin jälkeen vielä hieman bitumipohjaa pehmeämpää, mutta vaihekulmassa eroa ei ollut. V15BF- ja V30BF-liuosten pitkäaikaisvanhennetut näytteet eivät poikenneet merkittävästi vastaavista bitumipohjista. V60BF-liuos jäykistyi hieman pitkäaikaisvanhentamisen tuloksena ja B20BF-liuoksessa muutos oli selvä. BL2K:n jäykkyys ja elastisuus kasvoivat vastaavasti vanhentamisen seurauksena.



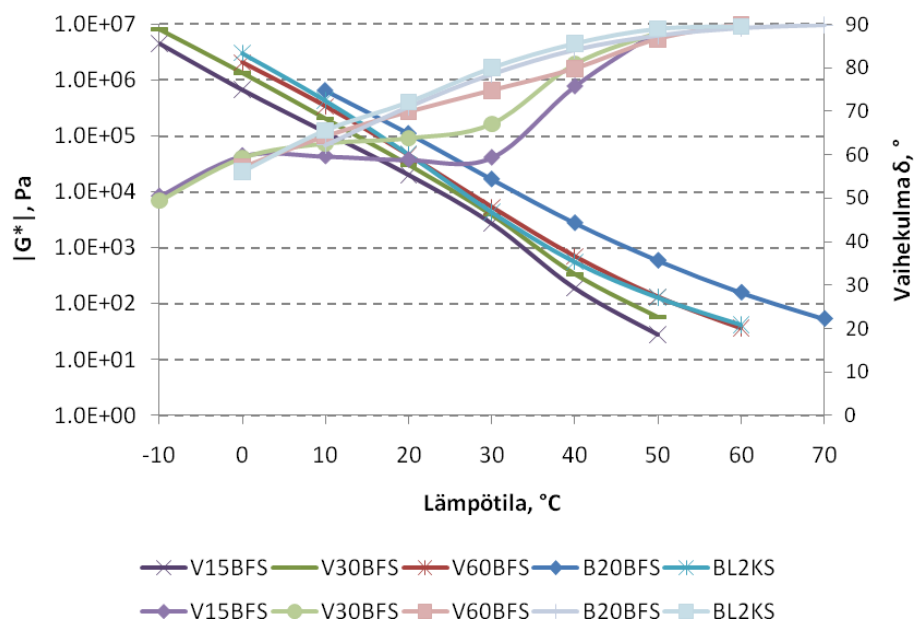


**Kuva 35: V6000-pohjaisen bitumiliuoksen kompleksinen leikkausmoduuli ja vaihekulma lämpötilan funktiona tutkimuksen eri vaiheissa,  $f = 1 \text{ Hz}$**

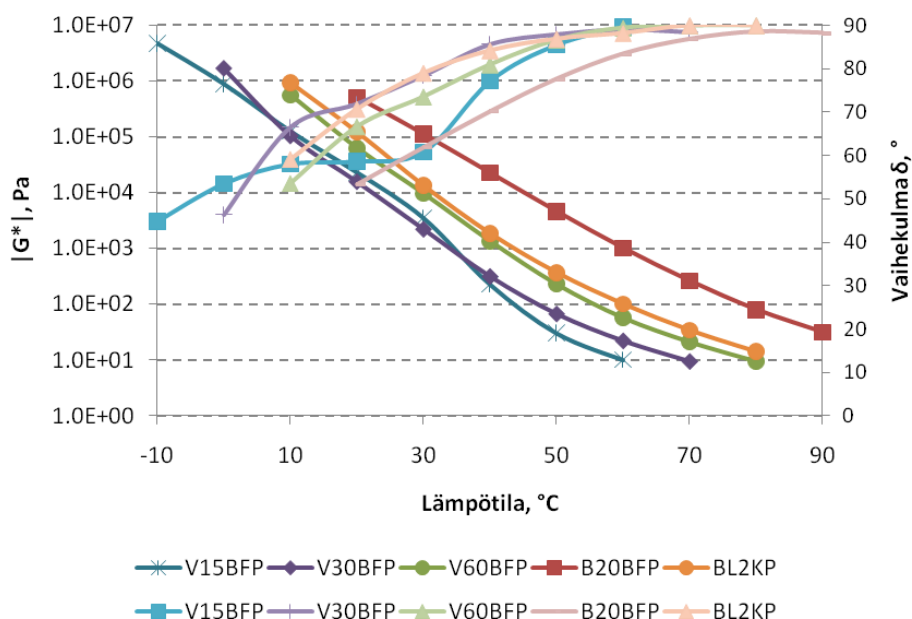
Kun bitumiliuoksia verrataan keskenään tuoreina ja eri vanhentamiskäsittelyiden jälkeen, voidaan todeta pehmeämmän bitumipohjan ja pienemmän biofluksiosuuden johtavan osittain jäykempään ja elastisempaan tulokseen (Kuvat 26 ja 36 – 38). Erityisen selvät erot ovat tuoreissa ja haihdutetuissa liuoksissa ja alle 30 °C lämpötiloissa (Kuvat 26 ja 36). Vaihekulman osalta vasta PAV-käsitelty B20BF saavutti pienempiä arvoja kuin V15BF (Kuva 38). On myös huomionarvoista, että yli 30 °C:ssa biofluksattujen bitumien jäykkyys on bitumipohjan mukainen jo haihdutetuissa näytteissä (Kuva 36) eli jäykkyydet muuttuvat eri tavoin 30 °C:een eri puolilla.



**Kuva 36:** Haihdutettujen bitumiliuosten kompleksinen leikkausmoduuli ja vaihekulma lämpötilan funktiona,  $f = 1 \text{ Hz}$



**Kuva 37:** Stabiloitujen bitumiliuosten kompleksinen leikkausmoduuli ja vaihekulma lämpötilan funktiona,  $f = 1 \text{ Hz}$



**Kuva 38: PAV-käsiteltyjen bitumiliuosten kompleksinen leikkausmoduuli ja vaihekulma lämpötilan funktiona,  $f = 1$  Hz**

Selitystä V1500- ja V3000-pohjaisten bitumiliuosten käyttäytymiselle voitaisiin hakea niiden koostumuksesta ja rakenteesta. Erityisesti elastisuuden korostuminen ja suuret jäykkyydet viittaisivat kiinteään aineksen läsnäoloon. Kyseisellä lämpötila-alueella on todettu bitumien vahamaisten yhdisteiden kiteytymis- ja sulamisilmiöitä, jotka voisivat johtaa havaittuihin ilmiöihin. Kiteiden sulaminen 30 – 50 °C:ssa selittäisi suuret muutokset vaihekulmassa yli 30 °C:ssa sekä vaihekulman pienen arvon 30 °C:tta matalammissa lämpötiloissa bitumipohjissa. Bitumiliuosten viskositeetti ilmeisesti vaikutti sisäisen rakenteen kehittymiseen, sillä mitä jäykempi bitumiliuos, sitä korkeampaan lämpötilaan vaihekulma pysyi lähes muuttumattomana.

### 6.1.5 Bitumiliuostutkimusten yhteenveto

Tutkimukset saatiin suoritettua suunnitellusti. Biofluksattujen bitumien leimahduspisteet olivat riittävän korkeita turvallisen käytön kannalta. Biofluksi havaittiin hyvin hitaasti haihtuvaksi sekä laboratorio-osuuden että kenttätutkimusten perusteella, eikä bitumipohjalla havaittu olevan merkittävää vaikutusta biofluksin haihtumisnopeuteen. Laboratorio-osuudessa stabiloinnin jälkeen biofluksia oli V15BF- V30BF- ja V60BF-liuoksissa jäljellä noin 2 %. Kenttäkokeista havaittiin biofluksin haihtuvan pääosin päällysteen pinnasta.

SARA-fraktioiden määrittämisen aikana biofluksi todennäköisesti haihtui yhdessä eluentin kanssa, minkä takia SARA-fraktiot kuvaavat tässä tutkimuksessa vain bitumipohjassa tapahtuneita muutoksia. Muutokset olivat pieniä bitumiliuosten haihduttamisen ja stabiloinnin jälkeen, mutta merkittäviä PAV-käsittelyn jälkeen.

Biofluksattujen bitumien koostumuksella oli suuri vaikutus niiden reologisiin ominaisuuksiin. Erityisesti vanhentamattomien liuosten viskositeetit, kompleksiset leikkausmoduulit ja vaihekulmat erosivat suuresti alle 30 °C lämpötiloissa. Biofluksin haihtuminen (stabiloituminen) ja bitumiliuosten vanheneminen (PAV-käsittely) aiheuttivat niiden reologiassa odotettuja muutoksia eli jäykkyys ja elastisuus kasvoivat ajan funktiona.

Näytteiden lämpötilahistorialla voi olla merkittävä vaikutus sideaineen reologisiin ominaisuuksiin (Soenen et al. 2006). Lämpötilahistorian vaikutus perustuu bitumisten sideaineiden mikrorakenteen kehittymisen aikariippuvuuteen (Masson, Polomark 2001) ja vahamaisten yhdisteiden toisistaan poikkeaviin kiteytymis- ja sulamislämpötiloihin (Edwards 2003, Lu et al. 2005, Lu 2006, Petersson, Gustafson & Stading 2008).

Biofluksattujen bitumien ja bitumipohjien osalta reometritutkimukset aloitettiin alimmasta lämpötilasta ja edettiin korkeimpaan lämpötilaan. Erot reologisissa ominaisuuksissa (viskositeetit, kompleksiset leikkausmoduulit ja vaihekulmat) olisivat luultavasti olleet pienempiä tai ainakin erilaisia, jos tutkimukset olisi aloitettu ylimmästä lämpötilasta tai temperointiajat testilämpötilojen välillä olisivat olleet erilaiset. Myös reometrillä saadut erot rotaatiolla ja oskilloinnilla mitattujen viskositeettien välillä 20 ja 30 °C:ssa saattoivat johtua näytteiden erilaisesta lämpötilahistoriasta. Rotaatiomäärityksissä 20 °C oli alin testilämpötila ja oskillointimäärityksissä 30 °C oli ylin eli rotaatio- ja oskillointinäytteet eivät luultavasti olleet mikrorakenteeltaan samanlaisia. Viskositeettimääritykset 60 °C:ssa antoivat kaikilla menetelmillä samansuuntaisia tuloksia, mutta joissain tapauksissa eroa menetelmien välillä saattoi olla jopa yli 30 %.

## **6.2 Tiivistämättömien massojen ominaisuudet**

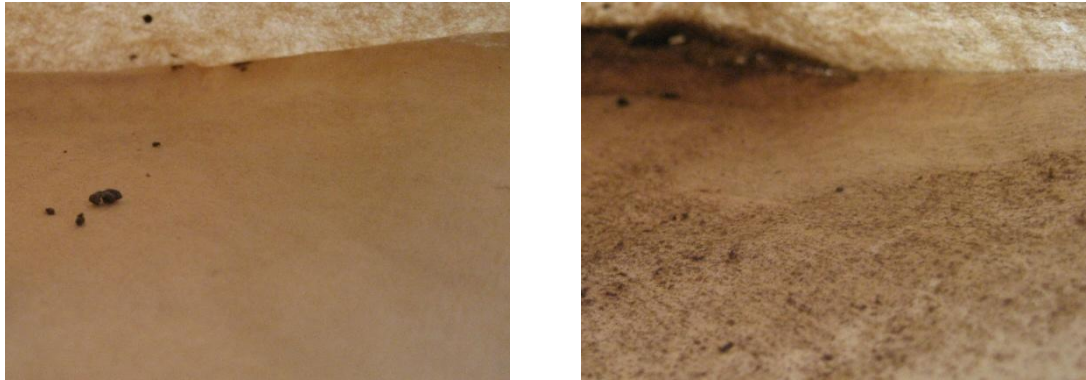
### **6.2.1 Massojen vedenkestävyys**

#### ***Laboratorio-osuus***

Laboratoriomassojen vedenkestävyys tutkittiin massojen valmistamisen yhteydessä. Laboratoriomassoista määritetyt MYR-arvot vaihtelivat 0,0 – 0,2 grammaan (Taulukko 35), kun kirjallisuudessa mainitaan alle 0,5 gramman arvojen olevan hyviä. Tutkimustulosten perusteella kuumasekoitetuilla bioöljysoralla ei siis pitäisi olla välitöntä ongelmaa vedenkestävyyden kanssa.

Biofluksattujen bitumien ja BL2K:n välillä ainoa selvä ero oli veden likaisuudessa ja irtonaisen aineksen ulkonäössä. MYR-arvon määrittämisessä käytetty vesi oli biofluksattujen bitumien jälkeen kirkasta, mutta veden pinnalla oli vähäisesti bitumista materiaalia. BL2K:n jäljiltä vesi oli sameampaa, eikä veden pinnalla ollut havaittavissa materiaalia. Ero oli havaittavissa myös kuivattujen suodatinpapereiden sisäpinnalta

(Kuva 39). MYR-koe on suunniteltu paljastamaan sekoituksen aikaiset tarttuvuusongelmat, mutta ei välttämättä käytönaikaisia ongelmia. Koska kuumasekoituksessa kiviaines on kuivaa, olivat MYR-arvot kaikilla sideaineilla hyvät. Kuumasekoitteisten PAB-massojen vedenkestävyyden tutkimiseksi tulisivin käyttää muuta menetelmää.



Kuva 39: Puhdas suodatinpaperi vasemmalla (V60BF) ja likainen oikealla (BL2K)

### ***Kenttätutkimukset***

Koetiehavaintojen perusteella ei ollut havaittavissa vedenkestävyyteen liittyviä ongelmia. Päälysteiden pinnat olivat kiinteitä kummassakin koetiekohteessa, eikä purkautumista tai reikiintymistä ollut havaittavissa. Koeteiden rakentamisen yhteydessä tehtyjen MYR-kokeiden perusteella koetiemassat (sekoitus turboasemalla kostealla kiviaineksella) olivat vedenkestävyydeltään hyviä (Pellinen, Valtonen & Blomberg 2010).

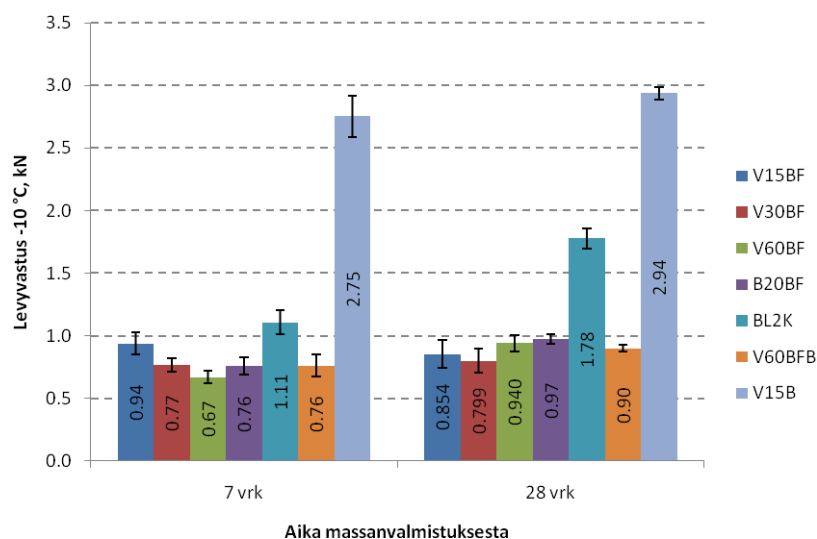
### **6.2.2 Massojen työstettävyys**

PAB-massojen työstettävyyden tutkimiseksi käytetty levyvastuskoe (Kuva 40, Liite F) poikkesi hieman kirjallisuudessa esitetystä menetelmästä (Ontario Ministry of Transportation 1996a). Hyvän työstettävyyden rajaksi otettiin kuitenkin sama arvo, 2 kN (-10 °C:ssa), joka on asetettu rajaksi kaupallisille paikkausmassoille Ontariossa Kanadassa. Bitumiliuos pohjaiselle (SC-800) ja tietyn rakeisuuden (Superpave 12.5) mukaan tehdyille paikkausmassoille (öljysoran kaltainen massa) työstettävyydelle ei ole Ontariossa asetettu raja-arvoa (OPSS 2007). Raja-arvon käyttökelpoisuus todennettiin V1500-massalla, jonka työstettävyys (koneellinen levitys) on havaittu huonoksi alhaisissa lämpötiloissa (alle 10 – 15 °C) (Onikki, Eskola 1997).



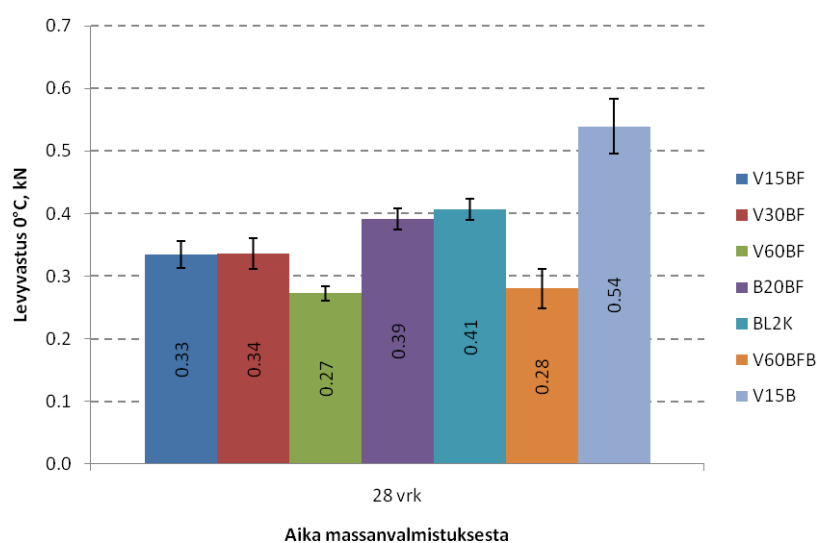
**Kuva 40: Työstettävyyden tutkimisessa käytetyn levyvastuskokeen koeasetelma**

Työstettävyyden tutkiminen levyvastuskokeella onnistui hyvin. Mittaustuloksien keskiarvot ja 95 % luottamusvälit (Confidence Interval = CI) -10 °C:ssa on esitetty kuvassa 41. V15B:n 28 vuorokauden tuloksista on poistettu poikkeava arvo (Taulukko 37), eikä sitä otettu huomioon, kun keskiarvoja ja luottamusvälejä laskettiin. Työstettävyydestutkimusten perusteella voidaan kaikki bitumiliuoksesta tehdyt massat arvioida työstettäväksi vielä kuukauden kuluttua massan valmistamisesta. Bitumista valmistetun V15B-massan työstettävyys osoittautui odotetusti selvästi huonommaksi kuin bitumiliuoksista valmistettujen massojen, ja se ylittikin työstettävyydelle asetetun rajan (2 kN). BL2K:n työstettävyys heikentyi menetelmän mukaan merkittävästi (levyvastus kasvanut) 7 ja 28 vuorokauden välillä. BL2K-massa oli 28 vuorokauden ikäisenä hieman alle sallitun raja-arvon. V15BF-massan levyvastus oli bioöljysorista suurin seitsemän vuorokauden ikäisenä, mutta erosi tilastollisesti merkitsevästi (yksisuuntainen varianssianalyysi ja odotusarvojen vertailu Bonferronin menetelmällä,  $\alpha = 0,05$ ) vain V60BF-massasta. Tulos oli linjassa sideaineista tutkittujen jäykkyyksien kanssa. Työstettävyys oli V15BF-, V30BF- ja 15B-massaa lukuun ottamatta heikentynyt 28 vuorokauden ikäisissä massoissa. Bioöljysoramassojen työstettävyyksissä ei ollut tilastollisesti merkitseviä ( $\alpha = 0,05$ ) eroja 28 vuorokauden jälkeen.



**Kuva 41: Massojen levyvastuksien keskiarvot 7 ja 28 vuorokauden ikäisinä -10 °C (n = 3; 95 % CI)**

Massojen työstettävyyttä tutkittiin 28 vuorokauden ikäisinä myös 0 °C:een lämpötilassa (Kuva 42). V15B-, B20BF- ja BL2K-massojen työstettävyyttä oli huonoin ja V60BF- ja V60BFB-massojen paras. V15BF- ja V30BF asettuivat edellisten väliin. V1500-bitumista tehtyjä massoja ei yleisesti pidetä työstettävänä lähellä 0 °C:tta.



**Kuva 42: Massojen levyvastuksien keskiarvot 28 vuorokauden ikäisinä 0 °C (n = 3; 95 % CI)**

Työstettävyyden heikentymiseen 28 vuorokauden aikana saattoi osin vaikuttaa massojen sekoittaminen, kun seitsemän vuorokauden työstettävyyden tutkimisessa käytetyt näytteet valmistettiin. Ilman sekoitusta pienempi osa massasta olisi ollut kaiken kaikkiaan alttiina haihtumiselle. Tutkittujen asfalttimassojen tiheydet koetilanteessa olivat noin 1500 kg/m<sup>3</sup> (tyhjätila noin 40 %) Yksityiskohtaiset tilastolliset

analyysit työstettävyyseroista massojen ja testikertojen välillä eri lämpötiloissa on esitetty liitteessä K.

### **6.2.3 Massatutkimusten yhteenveto**

Kaikkien tutkittujen PAB-massojen vedenkestävyydet olivat MYR-kokeiden perusteella hyviä, eikä biofluksatuista bitumeista valmistettujen massojen vedenkestävyys eronnut BL2K:sta valmistetusta massasta. Seitsemän vuorokauden ikäisinä biofluksatuista bitumeista valmistettujen massojen työstettävyydet eivät juurikaan eronneet toisistaan – tilastollisesti merkitsevästi ainoastaan V15BF-massa erosi V60BF-massasta. Työstettävyyden muuttumisessa oli biofluksattujen bitumien koostumuksesta johtuvia eroja, sillä V15BF- ja V30BF-massojen työstettävyys ei muuttunut testikertojen välillä, mutta V60BF-, B20BF ja V60BFB-massojen osalta työstettävyys muuttui tilastollisesti merkitsevästi. Bitumiliuosten osalta BL2K:sta valmistettu massa poikkesi selvästi biofluksatuista bitumeista -10 °C:ssa. V1500-bitumista valmistettu massa (V15B) oli kaikilla testikerroilla työstettävyydeltään huonoin myös tilastollisesti merkitsevästi. Korotetulla sideainepitoisuudella ei ollut merkittävää vaikutusta vedenkestävyyteen tai työstettävyyteen, jotka V60BFB-massalla vastasivat MYR-arvojen ja levyvastuskokeiden perusteella V60BF-massaa.

Työstettävyyden tutkimiseksi käytetty levyvastuskoe osoittautui toimivaksi, mutta vertailutulosten puutteellisuus heikentää hieman sen tuloksien tulkittavuutta. Mahdolliset vaihtelut näytteiden tiivistyksessä saattoivat vaikuttaa tuloksiin, vaikka yksittäisen massan tulosten hajonta olikin kohtalaisen pientä. Tehtyjen tutkimusten perusteella ei voida arvioida työstettävyyden kehittymistä pidemmän ajan kuluessa, sillä vanhimmillaankin massat olivat vain 28 vuorokauden ikäisiä. ASTM:n standardin D6704:n mukaan biofluksatuista bitumeista valmistetut massat ovat työstettäviä (7 ja 28 vuorokauden levyvastuskokeiden perusteella) 0 °C:een lämpötilassa ja öljysora noin 10 °C:ssa. D6704:n mukaan levyvastuskoe soveltuu ainoastaan modifioiduista tai modifioimattomista bitumiemulsioista, bitumiliuoksista tai niiden seoksista tehdyille massoille. LS-289:ssä (Ontario Ministry of Transportation 1996a) soveltuvuus rajoitetaan kylminä käytettäviin paikkausmassoihin. Kun V1500-bitumista valmistettua massaa arvioidaan D6704:n (mahdollisesti soveltumattomin) kriteerein, on se työstettävää noin 15 – 20 °C:ssa.

## **6.3 Tiivistettyjen massojen ominaisuudet**

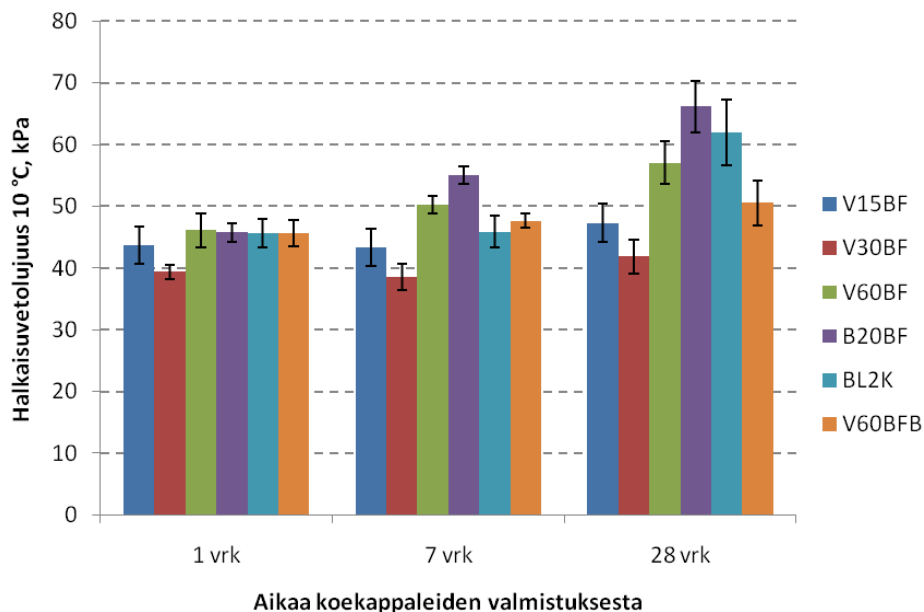
### **6.3.1 Laboratorio-osuus**

Koekappaleiden valmistaminen onnistui hyvin. Koekappaleiden tilavuussuhteiden keskiarvoissa ei ollut merkittäviä eroja. Merkille pantavaa on, että V60BFB-massan korkeampi sideainepitoisuus näkyi selvästi myös suurempana täyttöasteena. Täyttöasteen ohjearvo PAB-massoille on 42 – 45 % eli kaikki perusmassat ovat



ohjeellisen täyttöasteen alarajan tietämissä. Koekappaleiden tyhjätilat olivat suosituksen mukaisia (10 – 14 %). V60BFB-massan kohdalla täyttöaste oli hiukan liian korkea. Hienoaineksen tyhjätilan ja kiviaineksen rakeisuuden perusteella laskettu sideainepitoisuus 43,5 % täyttöasteella antoi sideainepitoisuudeksi 3,8 % (Liite L) eli käytettyjen sideainepitoisuuksien (3,7 ja 3,9 %) olisi pitänyt johtaa hieman toteutuneita korkeampiin täyttöasteisiin.

Laboratoriomassoista valmistetuista koekappaleista tutkittiin yhden, seitsemän ja 28 vuorokauden ikäisinä halkaisuvetolujuudet 10 °C (Kuva 43, Taulukko 53). Aikaisempien tutkimusten perusteella biofluksatuista bitumeista valmistettujen koekappaleiden lujuuskehitys on maltillista (Pellinen, Valtonen & Blomberg 2010). V15BF- ja V30BF-koekappaleet osoittautuivat kaikkein heikoimmiksi, eikä niiden lujuus kasvanut tilastollisesti merkitsevästi neljän viikon aikana ( $\alpha = 0,05$ ). B20BF-kappaleiden lujuus kehittyi noin kaksi kertaa nopeammin kuin V60BF-kappaleiden. BL2K:n lujuus ei seitsemässä vuorokaudessa kasvanut lainkaan, mutta sen lujuus 28 vuorokauden jälkeen oli toiseksi suurin. V60BFB-massan korotettu sideainepitoisuus ilmentyi alhaisempana halkaisuvetolujuutena V60BF-massaan verrattuna (ei tilastollisesti merkitsevää eroa,  $\alpha = 0,05$ ). V30BF-koekappaleiden tulokset poikkeavat selvästi muista, mutta tehtyjen tutkimusten perusteella poikkeaviin tuloksiin ei löytynyt selitystä.

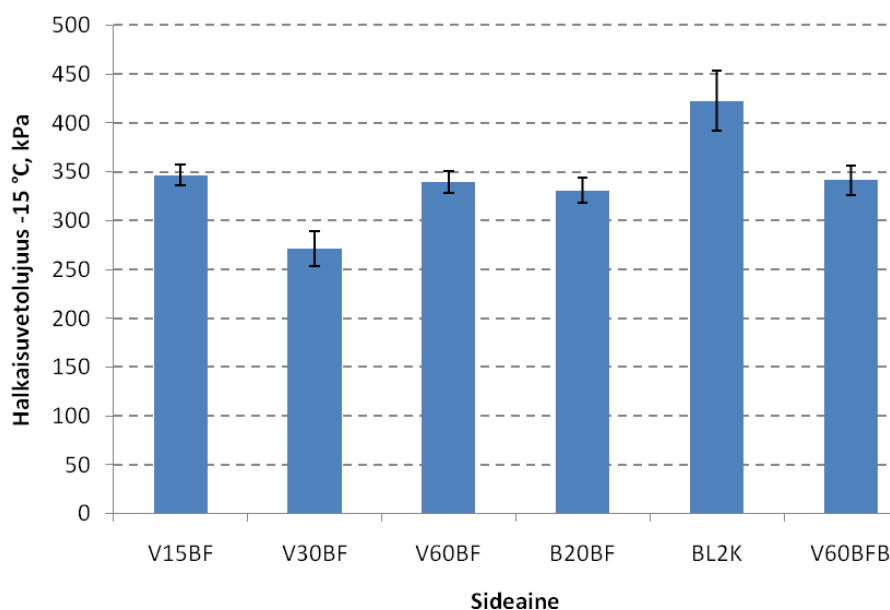


**Kuva 43: Laboratoriomassoista valmistettujen koekappaleiden halkaisuvetolujuudet 10 °C (n = 5; 95 % CI)**

**Taulukko 53: Laboratoriomassoista valmistettujen koekappaleiden halkaisuvetolujuudet ja muutokset suhteessa 1 vrk tuloksiin (n = 5)**

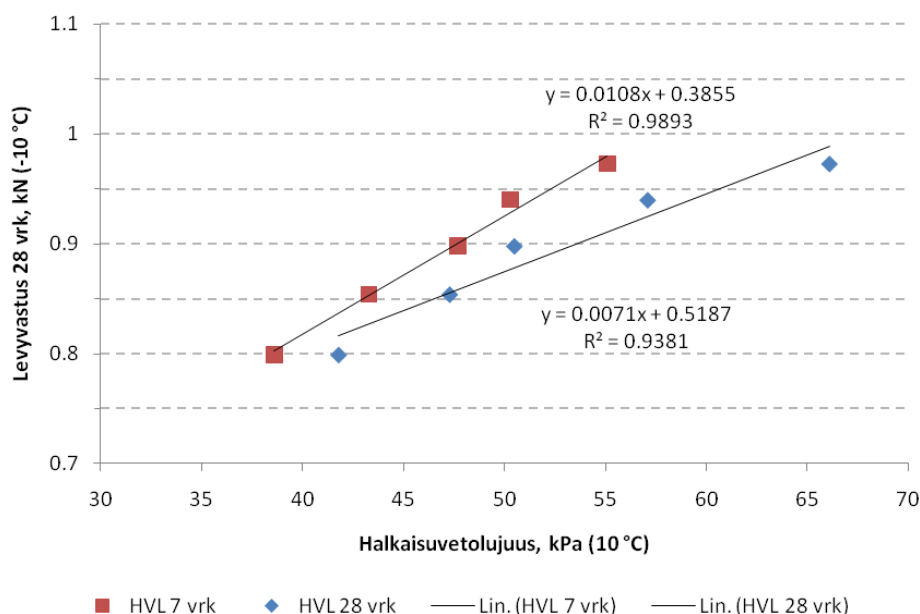
Massa	Ikä	Lujuus	Erotus 1 vrk näytteisiin	Erotus 1 vrk näytteisiin	95 %-luottamusväli
	<i>vrk</i>	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>	<i>%</i>	<i>kPa</i>
V15BF	1	43,7	-	-	± 3,0
	7	43,3	-0,4	-1,0	± 3,0
	28	47,3	3,6	8,2	± 3,1
V30BF	1	39,4	-	-	± 1,1
	7	38,6	-0,8	-2,0	± 2,1
	28	41,8	2,4	6,3	± 2,7
V60BF	1	46,1	-	-	± 2,7
	7	50,3	4,2	9,0	± 1,5
	28	57,1	11,0	23,8	± 3,5
B20BF	1	45,8	-	-	± 1,5
	7	55,1	9,3	20,3	± 1,4
	28	66,1	20,3	44,5	± 4,2
BL2K	1	45,6	-	-	± 2,4
	7	45,9	0,3	0,5	± 2,6
	28	61,9	16,3	35,7	± 5,3
V60BFB	1	45,6	-	-	± 2,2
	7	47,7	2,1	4,6	± 1,2
	28	50,5	4,9	10,8	± 3,6

Pakkasessa (-15 °C) seitsemän vuorokauden ikäisistä koekappaleista tutkitut halkaisuvetolujuudet poikkesivat toisistaan tilastollisesti merkitsevästi ( $\alpha = 0,05$ ) V30BF:n ja BL2K:n osalta (Kuva 44). V30BF-koekappaleet olivat selvästi muita heikompia, ja BL2K-kappaleet lujempia. Sideainekokeiden perusteella pehmeämpi bitumipohja johti selvästi suurempaan jäykkyyteen alle 0 °C:ssa, mutta halkaisuvetolujuuskokeissa eroja ei ollut tai ne olivat erilaiset. Laboratorio-osuuden yksityiskohtaiset tilastolliset analyysit halkaisuvetolujuuksien eroista on esitetty liitteessä M.



**Kuva 44: Laboratoriomassoista valmistettujen koekappaleiden halkaisuvetolujuudet -15 °C seitsemän vuorokauden ikäisinä (n = 5; 95 % CI)**

Halkaisuvetolujuudet 28 vuorokauden jälkeen asettuivat samaan suuruusjärjestykseen 28 vuorokauden jälkeen määritettyjen levyvastuskoetulosten (-10 °C) kanssa. Ainoa poikkeus oli BL2K (eri liuotin), joka ei ole mukana tässä tarkastelussa. Seitsemän ja 28 vuorokauden halkaisuvetolujuudet eivät selittäneet levyvastuskokeen tuloksia seitsemän vuorokauden testeissä (ei suuria eroja työstettävyydessä, pl. V15BF). Biofluksatuista bitumeista valmistettujen massojen työstettävyyden ja halkaisuvetolujuuden välinen yhteys on esitetty kuvassa 45. Tutkittujen massojen halkaisuvetolujuudet seitsemän ja 28 vuorokauden jälkeen selittivät levyvastuskokeen tuloksia hyvin. Sekä halkaisuveto- että levyvastuskoe mittaavat luultavasti osittain tiivistetyn asfalttimassan koheesiota, mikä selittäisi kokeiden samansuuntaiset tulokset. Halkaisuvetolujuutta voisi siten käyttää varastomassojen työstettävyyden arviointiin ja vastaavasti levyvastuskokeen perusteella voisi arvioida tiivistetyn massan stabiilitettä. Suurempi tiivistetyn massan lujuus liittyy tarkastelun perusteella heikompaan työstettävyyteen, mikä oli odotettavaa. Muut lineaariset mallit halkaisuvetolujuus- ja työstettävyydestulosten välillä antoivat alle 0,50 selityksasteita.



**Kuva 45: Työstettävyyden (28 vrk) ja halkaisuvetolujuuksien (7 ja 28 vrk) välinen riippuvuus**

### 6.3.2 Kenttätutkimukset

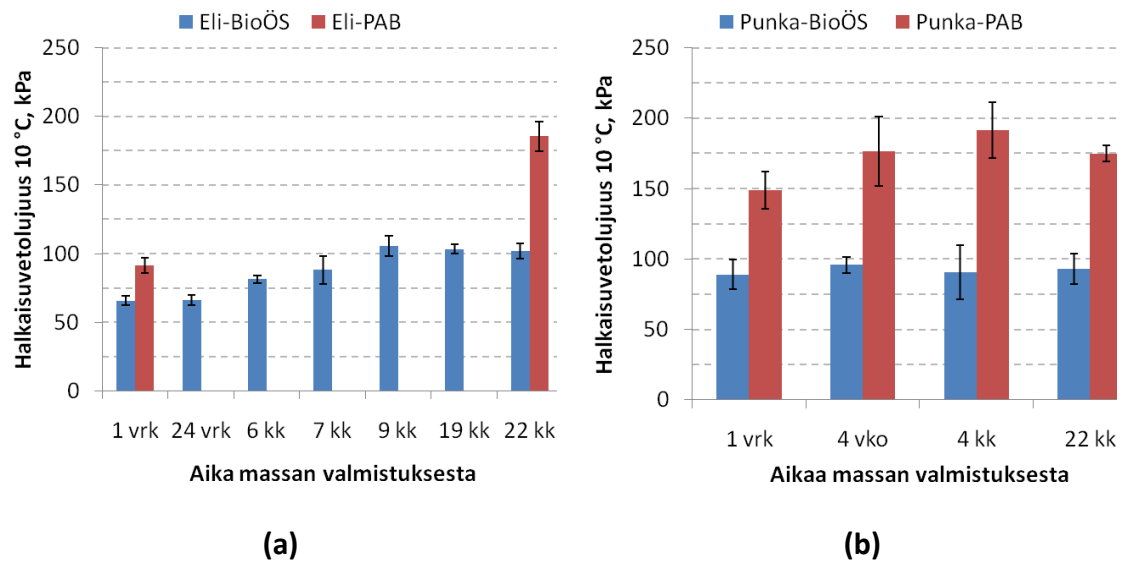
Maantiekylän varastomassojen halkaisuvetolujuudet olivat laboratorio-osuudessa valmistettujen koekappaleiden lujuuksia selvästi suuremmat (Taulukko 54). Laboratorio-osuudessa valmistettujen V15BF- ja BL2K-kappaleiden lujuudet olivat 28 vuorokauden ikäisinä alle puolet vastaavien varastokasamassoista valmistettujen koekappaleiden lujuuksista. Erotuksena laboratoriomassoista varastokasamassat sisälsivät tartuketta, niitä oli säilytetty ulkona viisi kuukautta (liuottimen haihtuminen ja viskositeetin kasvaminen) ja niiden sideainepitoisuus oli hieman laboratoriomassoja suurempi.

**Taulukko 54: Varastokasamassoista tehtyjen koekappaleiden halkaisuvetolujuudet (n = 6)**

Massa	Lujuus	Erotus BioÖSiin	Erotus BioÖSiin	95 %-luottamusväli
	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>	<i>%</i>	<i>kPa</i>
Maantie-BioÖS	103,4	-	-	± 3,2
Maantie-BL2K	159,7	56,3	54,5	± 8,9

Pellinen et al. (2010) tutkivat Elimäen ja Punkalaitumen koeteiden massoista valmistettujen kappaleiden halkaisuvetolujuuksia eri-ikäisinä. Lisäksi kirjoittajan käytettävissä oli julkaisemattomia tuloksia Elimäen koetiemassoista valmistetuista koekappaleista sekä tämän tutkimuksen aikana suoritettujen halkaisuvetolujuuksien tulokset. Kaikki käytettävissä olleet tulokset on esitetty kuvissa 46a ja b. Elimäen bioöljysoramassan (Eli-BioÖS) lujuus kasvoi 22 kuukauden aikana massan

valmistamisesta noin 50 %. Merkittävä kasvu oli havaittavissa Elimäen vertailupäällysteen (Eli-PAB) halkaisuvetolujuuksissa, jotka olivat kaksinkertaistuneet 22 kuukaudessa. Punkalaitumella bioöljysoramassasta valmistettujen koekappaleiden (Punka-BioÖS) lujuus 22 kuukauden iässä ei eroa tuoreiden koekappaleiden lujuuksista. Vertailupäällysteen (Punka-PAB) lujuus kasvoi vain hieman. Merkille pantavaa tuloksia tarkasteltaessa on, että halkaisuvetolujuudet tutkittiin koekappaleista, jotka oli tiivistetty noin vuorokautta ennen halkaisuvetolujuuksien tutkimista. Punkalaitumen yhden vuorokauden, neljän viikon ja neljän kuukauden koekappaleet tiivistettiin samaan aikaan, siksi niiden lujuuskehitys on voinut poiketa vuorokauden ikäisistä koekappaleista.



**Kuva 46: (a) Elimäen bioöljysora- ja PAB-päällysteiden (maksimiraekoko = 11 mm) halkaisuvetolujuustulokset ja 95 % luottamusvälit (yhden vuorokauden tulokset Pellinen et al. (2010), 22 kk tämän tutkimuksen tuloksia ja muut julkaisemattomia tuloksia) (b) Punkalaitumen bioöljysora- ja PAB-päällysteiden (maksimiraekoko = 16 mm) halkaisuvetolujuustulokset ja 95 % luottamusvälit (yhden vuorokauden, neljän viikon ja neljän kuukauden tulokset Pellinen et al. (2010) ja 22 kk tämän tutkimuksen tuloksia)**

### 6.3.3 Tiivistettyjen massojen tutkimusten yhteenveto

Laboratio-osuuden perusteella havaittiin, että bioöljysoran stabiliteetti kasvaa selvästi ensimmäisten 28 vuorokauden aikana. Öljysoran stabiliteetin kasvunopeudessa ei ollut eroa V60BF- ja B20BF-bitumiliuoksista tehtyihin massoihin. Biofluksatun bitumin koostumus vaikutti stabiliteetin kehittymiseen siten, että jäykempi bitumipohja ja suurempi biofluksin alkuperäinen osuus johti lopulta suurempaan stabiliteettiin. Tuntelemattomasta syystä V30BF-bitumiliuoksesta valmistetun massan stabiliteetti poikkesi selvästi muista ja oli kaikista heikoin. Laboratorio-osuuden bitumiliuostutkimuksissa ei vastaavaa poikkeavuutta havaittu. Biofluksattujen bitumien

koostumuksen vaikutus massan lämpötilaherkkyyteen näkyi massojen stabiliteeteissa eri lämpötiloissa tutkittujen halkaisuvetolujuuksien perusteella.

Kenttätutkimustulokset olivat hieman ristiriitaisia. Elimäen koetien bioöljysoramassan stabiliteetti oli kasvanut merkittävästi kahden vuoden aikana, mutta Punkalaitumen bioöljysoran stabiliteetti oli säilynyt muuttumattomana. Tulosta tukevat sideainetutkimukset, joiden mukaan Punkalaitumelta otetusta näytteestä ei olisi haihtunut biofluksia lainkaan, kun taas Elimäellä biofluksista oli haihtunut noin 20 prosenttia.

#### **6.4 Koetiekatselmukset**

Vuonna 2008 rakennetuille koeteille tehtiin kumpaisellekin kaksi katselmusta. Toinen katselmuksesta sijoittui alkukesään ja toinen alkusyksyyn 2010. Kesän katselmuksen yhteydessä tieltä otettiin massanäytteet (lapiota ja rautakankea hyväksikäyttäen) halkaisuvetolujuuskokeita ja sideainetutkimuksia varten. Syksyllä 2010 katselmukset tehtiin ennen kaikkea poikkeuksellisen lämpimän kesän vaikutusten havainnoimiseksi.

Elimäen koetien bioöljysorakaista oli kauttaaltaan moitteettomassa kunnossa sekä alkukesän että syksyn katselmuksessa. Ainoa varsinainen vaurio oli bussipysäkin jälkeen muutamia kymmeniä metrejä jatkunut halkeama reunaviivan tuntumassa (Kuva 47). Halkeama on luultavasti syntynyt raskaiden ajoneuvojen aiheuttamasta reunapainumasta. V1500-kaistalla oli pitkittäishalkeamia, jotka luultavasti johtuvat roudasta ja epähomogeenisesta pengermateriaalista (Kuva 48). Bioöljysorakaistalla oli havaittavissa suurimpien kivirakeiden painumista päällysteen sisään, mikä näkyi sileämpänä ja kiinteämpänä pintana kuin V1500-kaistan pinta (Kuva 49). Alkusyksystä mitattiin oikolaudalla ja rullamitalla bioöljysorakaistan urasyvyudeksi keskeltä kaistaa noin 10 millimetriä (Kuva 50). V1500-kaistalla ei ollut mitattavaa uraa.



**Kuva 47: Halkeama Elimäen koetien reunaviivan tuntumassa bioöljysorakaistalla**



**Kuva 48: Bitumilla juotettu halkeama Elimäen koetien V1500-kaistalla**





**Kuva 49: Sileä- ja kiinteäpintaisempi bioöljysora vasemmalla kaistalla ja karkeampi V1500-päällyste oikealla**



**Kuva 50: Elimäen bioöljysorakaista oli urautunut laakeasti koko kaistan leveydeltä maksimissaan noin 10 millimetriä kaistan keskeltä (ks. Kuva 52 Punkalaitumen koetieltä)**

Punkalaitumen koetie oli Elimäen koetien tapaan hyvässä kunnossa. V15BF-kaistalla esiintyi kuitenkin pintaannousua lähellä keskisaumaa lähes koko koetien matkalta (Kuva 51). Sekä bioöljysora- että V1500-kaistalla oli yksittäisissä kohdissa routavaurioita. Uramittauksessa (oikolauta ja rullamitta) saatiin bioöljysorakaistan urasyvyyydeksi noin 10 millimetriä kaistan keskeltä (Kuva 52). V1500-kaistalla ei ollut uraa.





**Kuva 51: Sideaineen pintaannousua Punkalaitumen bioöljysorakaistalla**



**Kuva 52: Punkalaitumen bioöljysorakaistan keskellä oli noin 10 millimetrin ura (tienpinta on sateesta märkä)**

## 7 Yhteenveto, päätelmät ja suositukset

### *Yhteenveto*

Tämän diplomityön päätavoitteena oli biofluksattujen bitumien käyttömahdollisuuksien arvioiminen PAB-varastomassoissa. Laboratorio- ja kenttätutkimuksien tulosten pohjalta pyrittiin vastaamaan kysymykseen: Miten biofluksattujen bitumien koostumus vaikuttaa niiden soveltuvuuteen PAB-varastomassojen sideaineiksi? Soveltuvuuden arvioimiseksi jaettiin tutkimus seuraaviin osa-tavoitteisiin:

1. Määrittää PAB-varastomassoille asetettavat ensisijaiset vaatimukset
2. Selvittää koostumuksen vaikutus biofluksattujen bitumien ominaisuuksiin
3. Selvittää biofluksattujen bitumien koostumuksen vaikutus niistä valmistettujen massojen ja koekappaleiden ominaisuuksiin
4. Saada tietoa bioöljysoran ja sen sideaineen ominaisuuksien muutoksista vanhenemisen myötä varastokasasta ja koeteiltä otetuista näytteistä
5. Tunnistaa jo rakennettujen bioöljysorakoeteiden mahdolliset ongelmat

Kirjallisuuden perusteella asetettiin varastoitaville pehmeille asfalttimassoille seuraavat ensisijaiset vaatimukset: sekoitettavuus kylmänä tai lämpimänä, työstettävyys, riittävä stabiliteetti, vedenkestävyys sekä vaarattomuus ympäristölle ja terveydelle, joihin tutkimustuloksia peilattiin.

Tutkimusta varten valmistettiin koostumukseltaan neljä erilaista biofluksattua bitumia, joiden tavoitteellinen viskositeetti 60 °C:ssa oli 600 mm<sup>2</sup>/s. Biofluksattujen bitumien käyttöturvallisuus selvitettiin leimahduspisteiden määrittämisellä. Biofluksatuista bitumeista tutkittiin vanhenemisen aiheuttamia muutoksia niiden koostumuksessa ja reologisissa ominaisuuksissa.

Biofluksatuista bitumeista valmistetuista massoista tutkittiin ensisijaisista vaatimuksista vedenkestävyys, työstettävyys ja stabiliteetti. Työstettävyyden ja stabiliteetin muutoksia seurattiin tuoreiden näytteiden lisäksi vanhenneista näytteistä.

Nynas Oy:n tuotekehityksen yhteydessä valmistetuista varastokasamassoista ja rakennetuista koeteista otettiin seurantatutkimuksena massanäytteet sideaineen koostumuksen muutoksien tutkimiseksi sekä massojen stabiliteetin määrittämiseksi. Koeteiden kuntoa seurattiin lisäksi kahdella katselmuksella alkukesästä ja alkusyksystä 2010.

## ***Päätelmät***

Kuten kuvasta 1 ja 2 havaittiin, bitumisten massojen kylmänä ja lämpimänä sekoitettavuuteen vaikutetaan bitumin tai bitumiliuoksen alkuviskositeetin valinnalla. Kirjallisuuden perusteella kylmänä sekoitus onnistuu bitumisilla sideaineilla, kun niiden viskositeetti on pienempi tai yhtä suuri kuin  $600 \text{ mm}^2/\text{s}$ . Vastaavasti lämpimänä sekoitus onnistuu, kun viskositeetti on  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ :ssa pienempi tai yhtä suuri kuin  $3000 \text{ mm}^2/\text{s}$ . Tutkittujen biofluksattujen bitumien viskositeetit  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ :ssa olivat heti sekoituksen jälkeen noin  $600 \text{ mm}^2/\text{s}$  eli ne ovat kylminä tai lämpiminä sekoitettavia. Vaarattomuus ympäristölle ja terveydelle arvioitiin bitumiliuosten ja niiden komponenttien käyttöturvallisuustiedotteista. Biofluksi ei ole ympäristölle haitallista, kuten BL2K:n liuottimet, ja se tuotetaan uusiutuvista raaka-aineista. BL2K on luokitettu ympäristölle haitalliseksi (R52/53), mutta biofluksattua bitumia (Nyflow Fv 600) ei ole. Biofluksiin siirtymisellä voi olla mahdollista vähentää PAB-varastomassojen käytönaikaista ympäristökuormaa.

Biofluksin haihtuminen bitumiliuoksesta osoittautui hitaaksi sekä ulos kasoihin varastoitujen että koeteille levitettyjen massojen sideaineiden tutkimuksissa. Laboratoriotutkimusten perusteella biofluksin alkuperäisestä määrästä tai bitumipohjasta riippumatta siitä haihtuu tietyssä ajassa suhteellisesti suurin piirtein sama osuus. Haihdutuskäsittelyiden aikana näytteisiin mahdollisesti syntyneen, haihdutusta hidastavan kalvon vaikutuksia tuloksiin ei ole arvioitu tai otettu huomioon. Tutkimusten perusteella bitumiliuosten haihdutus standardin SFS-EN 14895 mukaisesti vastaa karkeasti 1 – 2 vuoden varastokasassa tai tiellä vanhenemista. Edellä mainitun standardin mukaisella haihdutuskäsittelyllä voitaisiin siten arvioida biofluksattujen bitumiliuosten haihtumista massoista ensimmäisen kahden vuoden aikana.

Biofluksattujen bitumien erilaiset koostumukset näkyivät niiden reologisissa ominaisuuksissa. Pehmeät bitumipohjat ja pienet biofluksiosuudet johtivat elastisempaan ja jäykempään bitumiliuokseen kuin jäykemmät bitumipohjat ja suuret biofluksiosuudet. Tämä johtui todennäköisesti siitä, että pehmeissä bitumeissa oli enemmän vahamaisia yhdisteitä, jotka kiteytyivät lämpötilan laskiessa. Saattaa myös olla, että vahamaiset yhdisteet eivät jostain syystä kiteydy jäykemmissä bitumipohjissa yhtä täydellisesti. Toisaalta biofluksin suuri osuus jäykemmissä bitumipohjissa alensi viskositeettia merkittävämmän luultavasti juuri alhaisissa lämpötiloissa. Kiteytymisestä aiheutuvia eroja ei voitu havaita viskositeettimäärityksillä  $60 \text{ }^\circ\text{C}$ :ssa, sillä suurin osa kiteistä oli todennäköisesti sulanut ennen sitä.

Ohutlevykromatografinen SARA-fraktioiden määrittäminen osoittautui ongelmalliseksi bitumiliuosten osalta, sillä biofluksi todennäköisesti haihtui näytteiden applikoinnin aikana tai viimeistään ensimmäisen eluentin mukana. Voidaan olettaa, että määrittäykset kertoivat lähinnä bitumipohjassa tapahtuneista muutoksista. Tuloksista voitiin havaita

aromaattisten hiilivetyjen osuuden pieneneminen ja hartsien osuuden kasvaminen SARA-fraktioissa näytteen vanhenemisen myötä. Asfalteenien ja tyydyttyneiden hiilivetyjen osuudet bitumipohjissa eivät aromaattien ja hartsien muutoksiin verrattuina vanhenemisen myötä kasvaneet, vaan havaintojen mukaan pikemminkin pienenivät.

Biofluksin hitaan haihtumisen takia työstettävyyttä ei levyvastuskokeen perusteella heikentynyt kuukauden kuluessa massojen valmistuksesta. Levyvastuskoe saattaa simuloida enemmän tilannetta, jossa massa on jo kertaalleen irrotettu varastokasasta, koska massat ehtivät olla testilaatikoissa kevyesti tiivistettyinä vain alle vuorokauden. Massojen työstettävyyttä tutkittiin enimmilläänkin vain kuukauden ikäisistä näytteistä. Öljysorien tiedetään säilyvän työstettävänä vielä useiden kuukausien kuluttua valmistamisesta, mikä rohkaisee arvioimaan bioöljysoramassojen työstettävyyden vähintään yhtä hyväksi. B20BF-liuoksen osalta ongelmaksi voi muodostua todella jäykän kuoren syntyminen varastokasan pintaan, jos sen pintaosista haihtuu suuria määriä biofluksia.

Halkaisuvetolujuuskokeiden perusteella bioöljysorien stabiliteetin kehitys on maltillista. Suurimmat stabiliteetin kasvut havaittiin V6000- ja 160/220-pohjaisilla bitumiliuoksilla sekä BL2K:lla. Koetiekatselmusten perusteella V1500-pohjainen biofluksattu bitumiliuos saattaa jäädä liian pehmeäksi levittämisen jälkeen. Kummankin koetien bioöljysorakaista oli urautunut, minkä lisäksi Punkalaitumen koetiellä oli havaittavissa pintaannousua. Lisäksi kumpikin koetie oli pinnaltaan hyvin sileä, mikä saattoi johtua isompien kivirakeiden painumisesta päällysteen sisälle. Suurempi alkuviskositeetti tai jäykempi bitumipohja olisi voinut johtaa parempaan päällysteeseen. Syitä V15BF- ja V30BF-bitumiliuoksesta valmistettujen massojen stabiliteetin maltillisella kasvulla saattavat olla pienestä biofluksiosuudesta johtuva pieni haihtuminen, joka yhdistettynä pehmeään bitumipohjaan johtaa hitaaseen stabiliteetin kehitykseen.

Yhteenvedona voidaan todeta, että suoritettujen tutkimusten ja tarkasteltujen näkökulmien perusteella estettä biofluksin käyttämiseen PAB-varastomassojen sideaineen liuottimena ei ole. Kirjallisuustutkimuksen perusteella määritetyt ensisijaiset vaatimukset täyttyivät tarkastelujakson aikana kaikilla tutkituilla biofluksatuilla bitumeilla ja niistä valmistetuilla massoilla sekä koekappaleilla.

### ***Suosituks***

Biofluksattujen bitumien käyttömahdollisuuksista PAB-varastomassojen sideaineina saatiin tutkimusten perusteella hyvä yleiskuva. Tutkitut sideaineet käsittivät kuitenkin vain pienen osan mahdollisista biofluksattujen bitumien koostumuksista. Biofluksattujen bitumien alkuviskositeetiksi valittiin BL2K:n viskositeetti, mutta alkuviskositeettia voisi olla suositeltavaa nostaa, koska biofluksi haihtuu hitaammin

kuin petroli. Kokeilemisen arvoinen alkuviskositeetti 60 °C:ssa voisi olla esimerkiksi 800 – 1000 mm<sup>2</sup>/s. Vastaavasti bitumipohjan jäykkyydellä voitaisiin vaikuttaa bioöljysorien stabiliteetin kehitykseen. V1500-pohjaisista biofluksatuista bitumeista valmistetut päällysteet saattavat jäädä hieman liian pehmeiksi.

Toisaalta, ympäristön kannalta mahdollisimman pieni liuotinosuus olisi suositeltavaa, tällöin bitumipohjan on oltava mahdollisimman pehmeä. Kuten yllä mainittiin, kuitenkin lujuuskehityksen kannalta jäykempi bitumipohja olisi suositeltavaa, mikä puolestaan johtaa suurempiin liuotinmääriin. Biofluksatun bitumin koostumus on siten kompromissi eri vaatimusten välillä. Bitumiliuosten (sekä BL2K että biofluksatut bitumit) ympäristö- ja terveysvaikutuksien arviointi (tuotanto mukaan lukien) olisi suositeltavaa kartoittaa erillisellä tutkimuksella, jonka perusteella eri sideaineista valmistettujen PAB-varastomassojen ympäristö- ja terveysvaikutuksia voisi perusteellisesti verrata.

Jatkotutkimusten kannalta olisi tärkeää tunnistaa PAB-varastomassojen käyttökohteet ja tarpeet sekä luoda yhteys laboratoriotutkimusten ja käytön aikaisen toimivuuden (reikäpaikat ja päällysteet) välille. Laboratorio- ja kenttätutkimusten perusteella pitäisi tarkastella halkaisuvetolujuuden tai jonkin muun vielä tutkimattoman ominaisuuden yhteyttä reikäpaikkojen kestävyYTEEN. Vasta kattavien tutkimusten perusteella voitaisiin esittää raja-arvoja riittävälle alkulujuudelle sekä ennustaa paikan kestävyYTEttä massojen lujuuksien perusteella. Työstettävyyden tutkimiseksi käytetty levyvastuskoe osoittautui hyväksi menetelmäksi, ja 2 kN levyvastuksen raja-arvo määritettynä -10 °C:ssa vaikuttaa riittävältä. Levyvastuskokeita olisi kuitenkin suositeltavaa tehdä erilaisille massoille menetelmän arvioimiseksi ja sopivien raja-arvojen varmistamiseksi.

Dynaamisella leikkausreometrillä saatiin monipuolisia ja hyödyllisiä tuloksia bitumiliuosten ominaisuuksista ja keskinäisistä eroista. Sideainenäytteiden lämpöhistorialla saattoi olla tuloksiin suurikin vaikutus, minkä tutkiminen antaisi lisätietoa sideaineista ja niiden keskinäisistä eroista.

## Lähteet

- Anderson, D. A, Christensen, D.W., Bahia, H.U., Dongre, R., Sharma, M.G., Antle, C.E., Button, J. 1994, *Binder Characterization and Evaluation - Volume 3*, National Research Council, Washington D. C.
- Anderson, D.A., Thomas, H.R., Siddiqui, Z. & Krivohlavek, D.D. 1988, *More effective cold, wet-weather patching material for asphalt pavements*, Federal Highway Administration, Washington D. C.
- Apilo, L. 1996, *Pehmeiden emulsiotekniikalla valmistettujen asfalttipäällysteiden suunnittelu*, Teknillinen korkeakoulu.
- Apilo, L. & Eskola, K. 1998, *PAB-V-päällysteiden suunnittelu*, Tielaitos, Helsinki.
- ASTM 2001, "ASTM D6704-1: Standard Test Method for Determining the Workability of Asphalt Cold Mix Patching Material" in *Annual Book of ASTM Standards. (Vol. 04.03)*, American Society for Testing and Materials, USA.
- Bahia, H.U. & Anderson, D.A. 1995, "The Pressure Aging Vessel (PAV): A Test to Simulate Rheological Changes Due to Field Aging" in *Physical properties of asphalt cement binders - STP 1241*, ed. J.C. Hardin, 1st edn, American Society for Testing and Materials, USA, pp. 67-88.
- Bahia, H.U. & Anderson, D.A. 1992, "Physical Hardening of Paving Grade Asphalts as Related to Compositional Characteristics", *Division of Fuel Chemistry, 204th ACS meeting*, vol. 37, no. 3, pp. 1397-1407.
- Bell, C.A. 1989, *Summary Report on Aging of Asphalt-Aggregate Systems, SHRP Report A-305*, National Research Council, Washington D. C.
- Blomberg, T. 1990, *Bitumit*, Rakentajain kustannus, Helsinki.
- Bonaquist, R., Pellinen, T. & Witczak, M.W. 1998, *Development of Relationship between Binder Viscosity and Stiffness Superpave Support and Performance Models Management*. Submitted to U.S. Department of Transportation, Federal Highway Administration. University of Maryland, College Park, Maryland, 1998, 78 p
- Carter, W.P.L. 2010, *Development of the SAPRC-07 Chemical Mechanism and Update Ozone Reactivity Scales*, California Air Resources Board, California.
- Chatterjee, S., Smit, A.d.F., White, R.P. & Prozzi, J.A. 2005, "Development of a Slump-Based Workability Test for Bituminous Maintenance Mixtures", *Transport Research Board 85th Annual Meeting*, Transport Research Board, Washington DC.
- Corrigan, M., Newcomb, D. & Bennert, T. 2010, "From Hot to Warm", *Public Roads*, vol. 74, no. 1, pp. 5-5.
- Croteau, J-M., Chaignon, F., Strynadka, T, 2009, *Sustainability: Carrier of Innovations in the Development of Pavement Materials*, Annual Conference 2009, Transportation Association of Canada, Vancouver
- Domke, C.H., Davison, R.R. & Glover, C.J. 1999, "Effect of Asphaltenes on SHRP Superpave Specifications", *Energy & Fuels*, vol. 13, no. 2, pp. 340-345.
- Edwards, Y. 2003, "Rheological Effects of Waxes in Bitumen", *Energy Fuels*, vol. 17, no. 3, pp. 511-520.

- Encyclopædia Britannica Inc. 2011 , *amorphous solids (physics)* [Homepage of Encyclopædia Britannica Inc.], [Online]. Available: <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/21328/amorphous-solid> [2011, 1/4].
- EU 2008, *Euroopan parlamentin ja neuvoston asetus N:o 1272/2008: Kemikaalien luokitus, merkintä ja pakkaaminen*, Euroopan Unioni, EU.
- EU 2006, *Euroopan parlamentin ja neuvoston asetus N:o 1907/2006: Kemikaalien rekisteröinti, arviointi, lupamenettelyt ja rajoitukset*, Euroopan Unioni, EU.
- Fingas, M.F. 1997, "Studies on the evaporation of crude oil and petroleum products: I. the relationship between evaporation rate and time", *Journal of hazardous materials*, vol. 56, no. 3, pp. 227-236.
- Fuhr, B.J. 2005, "Comparison of Bitumen Fractionation Methods", *Energy Fuels*, vol. 19, no. 4, pp. 1327-1329.
- Garber, N.J. & Hoel, L.A. 1988, *Traffic and highway engineering*, West, St. Paul, MN.
- Griffin, R.L., Simpson, W.C. & Miles, T.K. 1959, "Influence of Composition of Paving Asphalt on Viscosity, Viscosity-Temperature Susceptibility, and Durability", *Journal of Chemical and Engineering Data*, vol. 4, no. 4, pp. 349-354.
- Hudson, S.B. & Davis, R.L. 1965, "Relationship of Aggregate Voidage to Gradation", *Proceedings of the Association of Asphalt Paving Technologists* Association of Asphalt Paving Technologists, .
- Illston, J.M. (ed) 1994, *Construction materials*, 2nd edn, Chapman & Hall, London.
- Intergovernmental Panel on Climate Change 2001, *Climate Change 2001: The Scientific Basis*, Intergovernmental Panel on Climate Change, Cambridge, United Kingdom.
- Jewell, D.M., Albaugh, E.W., Davis, B.E. & Ruberto, R.G. 1974, "Integration of Chromatographic and Spectroscopic Techniques for the Characterization of Residual Oils", *Industrial and Engineering Chemistry Fundamentals*, vol. 13, no. 3, pp. 278-282.
- Kandhal, P.S. 2008, "A simple and effective method of repairing potholes in India", *Journal of the Indian Roads Congress*, vol. 96, no. 3.
- Kandhal, P.S. & Mellot, D.B. 1981, "Rational approach to design of bituminous stockpile patching mixtures", *Transportation Research Record*, , no. 821, pp. 16-22.
- Kharrat, A.M., Zacharia, J., Cherian, V.J. & Anyatonwu, A. 2007, "Issues with Comparing SARA Methodologies", *Energy & Fuels*, vol. 21, no. 6, pp. 3618-3621.
- Le Guern, M. 2010, "Physico-chemical analysis of five hard bitumens: Identification of chemical species and molecular organization before and after artificial aging", *Fuel*.
- Lesueur, D. 2009, "The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification", *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 145, no. 1-2, pp. 42-82.
- Lesueur, D. & Gerard, J. 1996, "A structure-related model to describe asphalt linear viscoelasticity", *Journal of Rheology*, vol. 40, no. 5, pp. 813-836.
- Loeber, L., Muller, G., Morel, J. & Sutton, O. 1998, "Bitumen in colloid science: a chemical, structural and rheological approach", *Fuel*, vol. 77, no. 13, pp. 1443-1450.
- Lu, X. 2006, "Compositional and Structural Characterization of Waxes Isolated from Bitumens", *Energy Fuels*, vol. 20, no. 2, pp. 653-660.

- Lu, X. & Isacsson, U. 2002, "Effect of ageing on bitumen chemistry and rheology", *Construction and Building Materials*, vol. 16, no. 1, pp. 15-22.
- Lu, X., Langton, M., Olofsson, P. & Redelius, P. 2005, "Wax morphology in bitumen", *Journal of Materials Science*, vol. 40, no. 8, pp. 1893-1900.
- Lu, X. & Redelius, P. 2007, "Effect of bitumen wax on asphalt mixture performance", *Construction and Building Materials*, vol. 21, no. 11, pp. 1961-1970.
- Macosko, C.W. (ed) 1994, *Rheology: Principles, measurements and applications*, 1st edn, Wiley-VCH, USA.
- Masson, J., Polomark, G.M. & Collins, P. 2002, "Time-Dependent Microstructure of Bitumen and Its Fractions by Modulated Differential Scanning Calorimetry", *Energy & Fuels*, vol. 16, no. 2, pp. 470-476.
- Masson, J. & Polomark, G.M. 2001, "Bitumen microstructure by modulated differential scanning calorimetry", *Thermochimica Acta*, vol. 374, no. 2, pp. 105-114.
- Musser, B.J. & Kilpatrick, P.K. 1998, "Molecular Characterization of Wax Isolated from a Variety of Crude Oils", *Energy & Fuels*, vol. 12, no. 4, pp. 715-725.
- Myllyoja, J., Aalto, P., Savolainen, P., Purola, V.-., Alopaeus, V. & Grönqvist, J. 2007, *WO/2007/003709 - Process for the manufacture of diesel range hydrocarbons*, C10G 3/00, C10G 45/02, C10G 45/58, Suomi.
- Neste Oil Oyj 2010, *Käyttöturvallisuustiedote: NExBTL Renewable Diesel; Neste 100 % NExBTL - diesel*, Neste Oil Oyj, Espoo.
- Nynas Oy 2010, *Safety data sheet: Nyflow Fv 600*, Nynas Oy, Vantaa.
- Nynas Oy 2009, *Käyttöturvallisuustiedote: BL2K*, Nynas Oy, Vantaa.
- Onikki, R. & Eskola, K. 1997, *PAB-V-päällystetutkimukset 1996*, Tielaitos, Helsinki.
- Ontario Ministry of Transportation 1996a, *LS-289: Test Method for Workability of Cold Bituminous Patching Material by Blade Resistance Method*, Ministry of Transportation, Ontario, Ontario.
- Ontario Ministry of Transportation 1996b, *LS-290: Test Method for Cohesion of Cold Bituminous Patching Material by Rolling Sieve Method*, Ministry of Transportation, Ontario, Ontario.
- OPSS 2007, *OPSS 307: Construction Specifications for Stockpiling of Patching Materials and Patching of Asphalt Pavement*, Ontario Provincial Standard for Roads and Public Works, Ontario, Canada.
- PANK ry 2007, *Asfalttinormit 2008*, PANK ry, Helsinki.
- PANK ry 1987, *Asfalttinormit 1987*, RIL, Helsinki.
- Pellinen, T., Valtonen, J. & Blomberg, T. 2010, "Development of Environmentally Friendly Cold Patching Compound", International Society of Asphalt Pavements, ISAP, The 11<sup>th</sup> International Conference of Asphalt Pavements, August 1 to 6, 2010, Nagoya, Japan.
- Petersen, J.C. 1984, "Chemical Composition of Asphalt as Related to Asphalt Durability: State of the Art", *Transportation Research Record*, , no. 999, pp. 13-30.
- Petersen, J. C., Robertson, R.E. Branthaver, J.F., Harnsberger, P.M., Duvall, J.J., Kim, S.S., Anderson, D.A., Christiansen, D.W., Bahia, H.U. 1994a, *Binder Characterization and Evaluation - Volume 1*, National Research Council, Washington D. C.



- Petersen, J. C., Robertson, R.E., Branthaver, J.F., Harndberger, P.M., Duvall, J.J., Kim, S.S., Anderson, D.A., Christainsen, D.W., Bahia, H.U., Dongre, R., Antle, C.E., Sharma, M.G., Button, J.W., Glover, C.J. 1994b, *Binder Characterization and Evaluation - Volume 4*, National Research Council, Washington D. C.
- Petersson, M., Gustafson, I. & Stading, M. 2008, "Comparison of microstructural and physical properties of two petroleum waxes", *Journal of Materials Science*, vol. 43, no. 6, pp. 1869-1879.
- Räme, R. 1989, *Öljysorapäälysteet*, Neste, Porvoo.
- Redelius, P. 2000, "Solubility parameters and bitumen", *Fuel*, vol. 79, no. 1, pp. 27-35.
- Romberg, J.W. 1959, "Some Chemical Aspects of the Components of Asphalt", *Journal of Chemical and Engineering Data*, vol. 4, no. 2, pp. 159-161.
- Shell Bitumen U.K. 1990, *The Shell Bitumen handbook*, Shell Bitumen U.K., Chertsey.
- Siddiqui, M.N. 1999, "Studies on the aging behavior of the Arabian asphalts", *Fuel*, vol. 78, no. 9, pp. 1005-1015.
- Simpson, W.C., Griffin, R.L. & Miles, T.K. 1961, "Relationship of Asphalt Properties to Chemical Constitution", *Journal of Chemical and Engineering Data*, vol. 6, no. 3, pp. 426-429.
- Soenen, H., De Visscher, J., Vanelstraete, A. & Redelius, P. 2006, "Influence of thermal history on rheological properties of various bitumen", *Rheologica Acta*, vol. 45, no. 5, pp. 729-739.
- Speight, J.G. 2004, "Petroleum Asphaltenes - Part 1: Asphaltenes, Resins and the Structure of Petroleum", *Oil & Gas Science and Technology*, vol. 59, no. 5, pp. 467-477.
- Suomen Standardisoimisliitto SFS 2009, *SFS-EN 12697-12: Bituminous mixtures. Test methods for hot mix asphalt. Part 12: Determination of the water sensitivity of bituminous specimens*, Suomen Standardisoimisliitto SFS, Helsinki.
- Suomen Standardisoimisliitto SFS 2007a, *SFS-EN 12606-1: Bitumen and bituminous binders. Determination of the paraffin wax content. Part 1: Method by distillation*, Suomen Standardisoimisliitto SFS, Helsinki.
- Suomen Standardisoimisliitto SFS 2007b, *SFS-EN 12607-1: Bitumen and bituminous binders. Determination of the resistance to hardening under the influence of heat and air. Part 1: RTFOT method*, Suomen Standardisoimisliitto SFS, Helsinki.
- Suomen Standardisoimisliitto SFS 2007c, *SFS-EN 12607-2: Bitumen and bituminous binders. Determination of the resistance to hardening under the influence of heat and air. Part 2: TFOT method*, Suomen Standardisoimisliitto SFS, Helsinki.
- Suomen Standardisoimisliitto SFS 2004a, *SFS-EN 12697-11: Bituminous mixtures. Test methods for hot mix asphalt. Part 11: Determination of the affinity between aggregate and bitumen*, Suomen Standardisoimisliitto SFS, Helsinki.
- Suomen Standardisoimisliitto SFS 2004b, *SFS-EN 12697-23: Bituminous mixtures. Test methods for hot mix asphalt. Part 23: Determination of the indirect tensile strength of bituminous specimens*, Suomen Standardisoimisliitto SFS, Helsinki.
- Tarna, P. 1990, *Öljysoran tiivistettävyyden ja levitettävyyden tutkiminen laboratoriossaväliraportti : asfalttipäälysteiden tutkimusohjelma ASTO 1987-1992*, VTT, Espoo.
- Tiehallinto 2009, *Päälysteiden paikkaus*, Tiehallinto, Helsinki.

- Tiehallinto 2002, *Tienrakennustöiden yleiset laatuvaatimukset ja työselitykset: Päälysteet*, Tiehallinto, Helsinki.
- Toropainen, K. 1989, *Asfalttipäälysteiden tutkimusohjelma ASTO 1987 väliraportti. Öljysorapäälysteiden laatuun vaikuttavat seikat.*, Valtion teknillinen tutkimuskeskus, Espoo.
- Traxler, R.N. 1963, "Durability of Asphalt Cements", *Proceedings of the Association of Asphalt Paving Technologists*AAPT, , pp. 44.
- Traxler, R.N. 1936, "The Physical Chemistry of Asphaltic Bitumen", *Chemical reviews*, vol. 19, no. 2, pp. 119-143.
- Vallerga, B.A. 1981, "Pavement deficiencies related to asphalt durability", *Proceedings of the Association of Asphalt Paving Technologists*, vol. 50, pp. 481-491.
- Valtonen, J. 1993, *Öljysoran tutkimusmenetelmien kehittäminen sideaineiden vertailua varten*, Teknillinen korkeakoulu.
- Valtonen, J. 1992, *Asfalttipäälysteiden tutkimusohjelma ASTO 1987-1992 väliraportti. Öljysorakoetiet : laboratorio- ja koetiemittausten vertailututkimus*, Valtion teknillinen tutkimuskeskus, Espoo.
- Valtonen, J. 1990, *Bitumiöljyn eri ominaisuuksien vaikutus öljysoran lujuusominaisuuksiin asfalttipäälysteiden tutkimusohjelma ASTO 1987-1992*, VTT, Espoo.
- Wong, W. & Li, G. 2009, "Analysis of the effect of wax content on bitumen under performance grade classification", *Construction and Building Materials*, vol. 23, no. 7, pp. 2504-2510.
- Yarranton, H.W., Fox, W.A. & Svrcek, W.Y. 2007, "Effect of Resins on Asphaltene Self-Association and Solubility", *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, vol. 85, no. 5, pp. 635-642.
- Zaniewski, J.P. & Srinivasan, G. 2003, *Evaluation of Indirect Tensile Strength to Identify Asphalt Concrete Rutting Potential*, Asphalt Technology Program, Morgantown, West Virginia.

## **Liitteet**

Liite A	SARA-fraktioiden määrittäminen TLC-FID-menetelmällä
Liite B	Viskositeetin määrittäminen reometrillä
Liite C	Kompleksisen leikkausmoduulin ja vaihekulman määrittäminen reometrillä
Liite D	Haihdutuskoe
Liite E	Kiviaineksen kiintotiheys
Liite F	Työstettävyyden määrittäminen levyvastuskokeella
Liite G	Kompleksisen leikkausmoduulin ja vaihekulman mittaustulokset
Liite H	Haihdutuskokeen mittaustulokset
Liite I	Eri menetelmillä määritettyjen tiheyksien välinen yhteys
Liite J	Koekappaleiden halkaisuvetolujuustulokset
Liite K	Levyvastuskokeiden tilastolliset analyysit
Liite L	Sideainepitoisuuden määrittäminen puolianalyttisellä menetelmällä
Liite M	Halkaisuvetokokeiden tilastolliset analyysit

## Liite A SARA-fraktioiden määrittäminen TLC-FID-menetelmällä

Menetelmällä saadaan määritettyä sideainenäytteen SARA-fraktioiden suhteelliset osuudet. Fraktiointi suoritetaan sauvan muotoisilla ohutlevyillä kolmella eri eluointiliuoksella (Kuva A.1). SARA-fraktiot määritettiin Neste Oilin laboratoriossa Kilpilahdessa Neste Oilin sisäisen menetelmän NM 228-2005 mukaan. Näytteet applikoitiin puhtaille sauvoille kloroformiin liuotettuina.

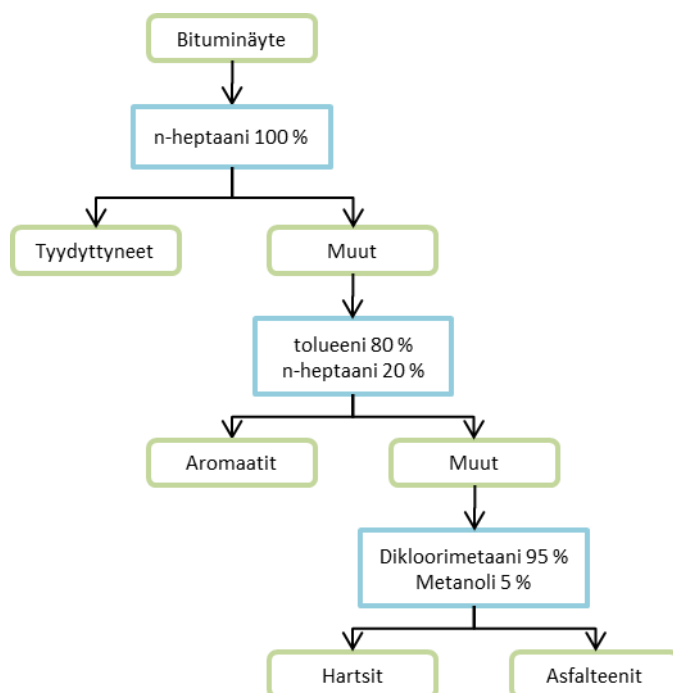
Ohutlevyt: Chromarod

Liekki-ionisaatiodektori: IATROSCAN MK-6s

Näytemäärä: 1 µl (0,2 µl annoksina)

Eluointiliuokset (tankit 1 – 3):

1. n-heptaani, 100 %
2. tolueeni 80 % + n-heptaani 20 %
3. Dikloorimetaani 95 % + metanoli 5 %



Kuva A.1: SARA-fraktiointin vaiheet ja eluointiliuokset

## **Liite B      Viskositeetin määrittäminen reometrillä**

Dynaamisella leikkausreometrillä saadaan määritettyä näytteen viskositeetti rotaatiotilassa eri leikkausnopeuksilla ja lämpötiloissa. Näyte punnittiin laboratoriovaa'alla mittapäähän, joka sijoitettiin punnitsemisen jälkeen jääkaappiin noin viideksi minuutiksi. Kun näyte mittapäässä oli jäykistynyt, asetettiin se reometriin ja laskettiin lähelle mittaustäisyyttä. Mittapäättä pyöritettiin trimmauslämpötilassa edestakaisin, jotta näyte leviäisi mittarakoon tasaisesti. Kun näyte oli täyttänyt mittaraon tasaisesti ja se oli todettu moitteettomaksi, laskettiin jäähdytys-lämmityshuppu mittapään ympärille ja käynnistettiin koe. Viskositeetti laskettiin keskiarvona leikkausnopeuksien 10 – 100 1/s tuloksista.

Laite: Anton Paar Physica MCR 301 + peltier-elementti (jäähdytys-lämmityshuppu)

Geometria: Kartio-levy, 50 mm

Mittarako: 0,049 mm

Näytemäärä: 0,57 g

Trimmauslämpötila: 40 °C

Leikkausnopeudet: 0,001 – 100 1/s (6 leikkausnopeutta / dekadilla)

Leikkausaika: 10 s

Lämpötilat: 20 – 100 °C (10 °C välein)

Temperointiaika    ennen    kutakin    mittaustempötilaa:    600    sekuntia

## **Liite C      Kompleksisen leikkausmoduulin ja vaihekulman määrittäminen reometrillä**

Dynaamisella leikkausreometrillä saadaan määritettyä näytteen kompleksinen leikkausmoduuli ja vaihekulma eri kuormitusnopeuksilla ja lämpötiloissa. Näyte punnittiin laboratoriovaa'alla mittapäähän, joka sijoitettiin tarvittaessa jääkaappiin noin viideksi minuutiksi (alkuperäiset bitumiliuokset). Punnituksen ja mahdollisen jäähtymisen jälkeen mittapää asetettiin reometriin ja laskettiin lähelle mittaustäisyyttä. Mittapäää pyöritettiin trimmauslämpötilassa edestakaisin, jotta näyte leviäisi mittarakoon tasaisesti. Kun näyte oli täyttänyt mittaraon tasaisesti ja se oli todettu moitteettomaksi, laskettiin jäähtymislämmityshuppu mittapään ympärille ja käynnistettiin koe.

Laite: Anton Paar Physica MCR 301 + peltier-elementti (jäähtymislämmityshuppu)

Geometria: Levy-levy, 25 mm

Mittarako: 1,000 mm

Näytemäärä: 0,49 g

Trimmauslämpötilat: Taulukko C.1

Kuormitustaajuudet: 0,01 – 10 Hz (4 kuormitustaajuutta / dekadit)

Kuormitusmuodonmuutos: 0,1 (0,01 Hz) – 0,001 (10 Hz)

Lämpötilat: Taulukko C.1

Temperointiaika ennen kutakin mittauslämpötilaa: 600 sekuntia

**Taulukko C.1: Sideaineiden trimmaus- ja testilämpötilat**

Sideaine	Trimmauslämpötila	Testilämpötilat (10 °C välein)
	°C	°C
V15A	60	-10 – 60
V30A	70	0 – 70
V60A	70	10 – 80
B20A	80	20 – 90
V15BF	40	-20 – 30
V30BF	40	-20 – 30
V60BF	40	-20 – 30
B20BF	40	-20 – 30
BL2K	40	-20 – 30
V15BFH	50	-10 – 50
V30BFH	50	-10 – 50
V60BFH	50	-10 – 50
B20BFH	50	-10 – 50
BL2KH	50	-10 – 50
V15BFS	60	-10 – 50
V30BFS	60	-10 – 50
V60BFS	70	0 – 60
B20BFS	80	10 – 70
BL2KS	70	0 – 60
V15BFP	60	-10 – 60
V30BFP	70	0 – 70
V60BFP	80	10 – 80
B20BFP	90	20 – 90
BL2KP	90	10 – 80

## Liite D Haihdutuskoe

Biofluksin haihtumisnopeutta eri bitumipohjista tutkittiin haihdutuskokeella. Biofluksia sekoitettiin kuhunkin bitumipohjaan siten, että syntyneessä liuoksessa oli 11,2 % biofluksia. Biofluksin määrä valikoitui vanhenemistutkimuksessa käytettyjen bitumiliuosten biofluksin keskimääräisestä osuudesta (noin 11 %). Sekoituksen alussa bitumien lämpötilat olivat noin 100 °C (biofluksi huoneenlämpöistä), ja sekoitusta jatkettiin kunnes liuoksesta tuli tasalaatuista. Liuokset haihdutettiin huoneenlämpötilassa yhden millimetrin ja kolmen millimetrin paksuisina kalvoina. Rinnakkaisia näytteitä oli kalvopaksuutta ja sideainetta kohti kaksi. Ensimmäisen punnituksen jälkeen haihdutusastiat siirrettiin 15 minuutiksi lämpökaappiin (50 °C), jotta liuos leviäisi haihdutusastialle tasaiseksi kerrokseksi. Näytteitä ei sekoitettu tai muuten häiritty lämpökaappikäsittelyn jälkeen. Näytteet punnittiin 19 kertaa siten, että ensimmäisen vuorokauden aikana oli viisi punnituskertaa, ensimmäisen viikon aikana 10 kertaa (mukaan lukien ensimmäinen vuorokausi) ja 9 kertaa loppuaikana. Punnitukset painottuivat alkuun, jolloin haihtumisen odotettiin olevan nopeinta. Punnitustuloksista laskettiin haihtuneen biofluksin määrä. Haihdutuskoea jatkettiin 2661 tuntia (noin 111 vuorokautta), jolloin tehtiin viimeinen punnitus.

Analyysivaaka: Presica XR 405A

Vaa'an luettavuus: 0,1 mg

Bitumipohjan osuus liuoksesta: 100 g

Biofluksin osuus liuoksesta: 12,6 g

Biofluksin osuus liuoksesta: 11,2 %

Haihdutusastiat: metalliset pyöreät astiat, keskimääräiset haihdutusosan halkaisijat 70,40 mm (1 mm kalvo) ja 76,00 (3 mm kalvo) (Kuva D.1)

Näytemäärät: 3,89 g (1 mm kalvo) ja 13,61 g (3 mm kalvo)

Haihdutuslämpötila: Huoneenlämpö, noin 25 °C





**Kuva D.1: Tutkimuksessa käytetyt haihdutusastiat (vasemmalla 1 mm ja oikealla 3 mm kalvopaksuudelle käytetty astia)**

## Liite E Kiviaineksen kiintotiheys

Hiiskulan koostekiviaineksen kiintotiheys määritettiin kiviaineksen kuivapainon ja kiviaineksen syrjäyttämän veden tilavuuden perusteella. Määritysastiana käytettiin pohjaltaan pyöreän muotoista tilavuudeltaan noin kahden litran lasiastiaa, jonka yläreuna ja kansi oli hiottu kosketuspinnolta. Määrityksessä käytettiin pesuseulottua kiviainesta. Punnitukset suoritettiin laboratoriovaa'alla, jonka luettavuus oli 0,1 g. Vedentihydeksi määrittäislämpötilassa oletettiin  $1 \text{ g/cm}^3$ . Kiviaineksen tiheydeksi saatiin  $2680 \text{ kg/m}^3$  (Taulukko E.1).

Menettely:

1. Punnittiin vedellä täytetty astia kansineen
  - a. Ei ilmakuplia astian sisällä
  - b. Astia kuivattiin ulkopuolelta ennen punnitusta
2. Punnittiin kiviainesnäyte
3. Punnittiin vedellä täytetty ja kiviaineksen sisältämä astia kansineen
  - a. Ei ilmakuplia astian sisällä
  - b. Astia kuivattiin ulkopuolelta ennen punnitusta

**Taulukko E.1: Kiviaineksen kiintotiheyden määrittämiseen liittyvät punnitukset ja lasketut tiheydet**

	Määritys 1	Määritys 2
a. Lasiastia + vesi, g	2375,8	2375,5
b. Kiviaines, g	915,2	906,9
c. Lasiastia + kiviaines + vesi, g	2949,3	2944,4
Tiheys, $\text{g/cm}^3$ ( $b / (a + b - c)$ )	2,678	2,683

## **Liite F Työstettävyyden määrittäminen levyvastuskokeella**

Massojen työstettävyys tutkittiin menetelmään LS-289 (Ontario Ministry of Transportation 1996a) perustuen. Työstettävyys määritetään menetelmässä levyvastuksen maksimiarvona. Levyvastus mitataan, kun kuormituslevyä painetaan vakionopeudella kevyesti tiivistettyyn ja temperoituun asfalttimassaan. Asfalttimassan arvioidaan olevan työstettävää, jos levyvastuksen maksimiarvo jää alle 2 kilonewtonin  $-10\text{ °C}$ :ssa. Työstettävyys määritettiin  $-10\text{ °C}$  lisäksi  $0\text{ °C}$  lämpötilassa. Testin aikana temperoidut näytteet olivat huoneenlämpötilassa, mikä saattoi johtaa niiden lämpenemiseen. Testit pyrittiin aloittamaan mahdollisimman nopeasti, eikä lämpenemisen arvioida olleen merkitsevää.

Testilaitte: UTM-25 (IPC Global)

Kuormituslevy: 130 x 50 x 3 mm

Kuormitusnopeus: 50 mm / min.

Kuormitusaika: 30 s

Massamäärä: 2000 g

Laatikoiden koko: 165 x 165 x 50 mm

Tiivistyslevy: 160 x 160 x 20 mm

Tiivistystyö: 2 x Proctor-vasaran pudotusta (parannettu)

Temperointiajat: 15 h  $\pm$  1 h ( $-10\text{ °C}$ ) ja noin 8 h  $\pm$  ½ h ( $0\text{ °C}$ )

Työstettävyyden tutkiminen:

1. Punnitaan 2000 g asfalttimassaa ja levitetään se tasaisesti koelaatikkoon
2. Asetetaan massan päälle tiivistyslevy
3. Tiivistetään näytettä tiivistyslevyn välityksellä kahdella parannetun Proctor-kokeen vasaran pudotuksella
4. Temperoidaan näytteet
5. Määritetään levyvastus sopivalla laitteella

## Liite G Kompleksisen leikkausmoduulin ja vaihekulman mittaustulokset

**Taulukko G.1: Kompleksiset leikkausmoduulit pascaleina ja vaihe-erot asteina eri vaiheissa kuormitustaajuudella 1 Hz (V1500)**

Lämpötila, °C	V15A		V15BF		V15BFH		V15BFS		V15BFP	
	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °
-20			5890000	56,4						
-10	5690000	58,1	714000	64,2	1480000	52,4	4570000	50,4	4710000	44,8
0	672000	65,5	85500	62,7	243000	54,4	675000	59,7	885000	53,5
10	89800	64,2	9510	64,1	25500	56,3	118000	59,6	126000	58,0
20	14300	62,0	852	79,5	2780	61,7	20400	58,8	23100	58,6
30	1970	65,0	112	85,5	237	83,0	2750	59,3	3530	60,8
40	172	81,8			38	88,0	191	75,7	228	77,1
50	28,8	86,4			11,9	86,4	28,2	88,3	30,5	85,5
60	9,84	84,8							10,1	89,6
70										
80										
90										

**Taulukko G.2: Kompleksiset leikkausmoduulit pascaleina ja vaihe-erot asteina eri vaiheissa kuormitustaajuudella 1 Hz (V3000)**

Lämpötila, °C	V30A		V30BF		V30BFH		V30BFS		V30BFP	
	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °
-20			2220000	60,2						
-10			294000	65,2	759000	58,6	8210000	49,4		
0	1390000	61,2	31600	66,5	113000	61,7	1360000	59,3	1660000	46,3
10	162000	69,6	3650	72,7	13800	64,9	206000	62,6	103000	66,5
20	18800	72,3	441	84,9	1400	76,6	30800	63,8	15600	71,9
30	2530	74,9	88,4	86,4	190	86,2	3900	67,1	2210	78,4
40	325	82,0			41,3	88,3	341	80,8	316	85,6
50	63,4	87,0			13,4	87,2	57,6	88,0	67,5	87,9
60	19,5	87,1							22,3	89,0
70	8,5	84,4							9,54	88,4
80										
90										

**Taulukko G.3: Kompleksiset leikkausmoduulit pascaleina ja vaihe-erot asteina eri vaiheissa kuormitustaajuudella 1 Hz (V6000)**

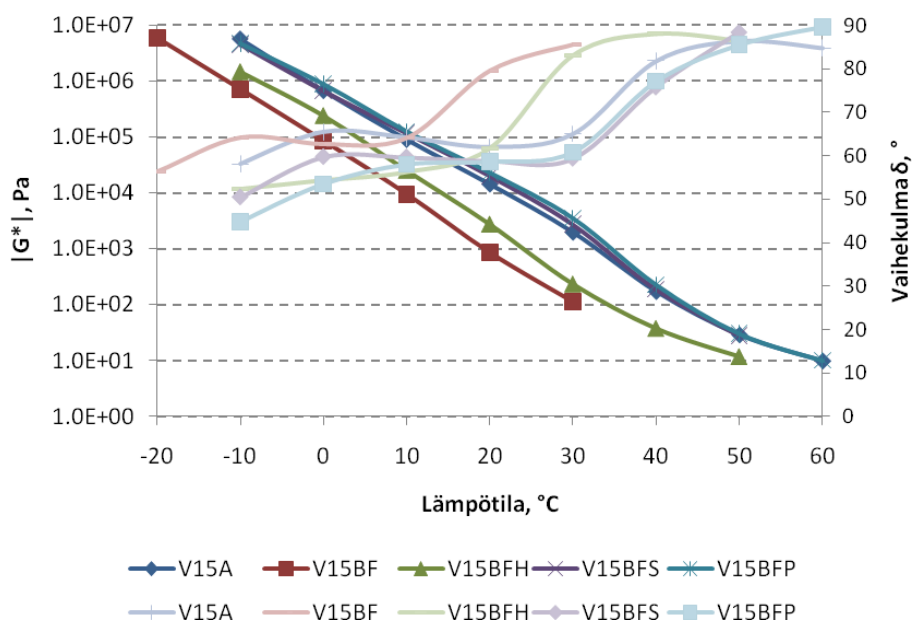
Lämpötila, °C	V60A		V60BF		V60BFH		V60BFS		V60BFP	
	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °
-20			1420000	66,1						
-10			160000	74,6	576000	64,1				
0			16200	79,9	73900	71,0	2060000	57,2		
10	281000	71,5	1960	85,2	8810	76,4	340000	64,3	557000	53,5
20	38200	75,7	330	88,7	1080	84,1	45400	69,9	63000	66,6
30	4720	79,9	78,5	89,7	184	88,7	5370	74,8	9640	73,5
40	692	82,9			46,8	89,1	705	79,8	1360	80,9
50	138	87,6			16	90,0	133	86,6	230	86,6
60	38,5	90,0					36,4	90,0	57,7	89,4
70	15,5	90,0							21,3	89,9
80	7,26	90,0							9,59	90,0
90										

**Taulukko G.4: Kompleksiset leikkausmoduulit pascaleina ja vaihe-erot asteina eri vaiheissa kuormitustaajuudella 1 Hz (160/220)**

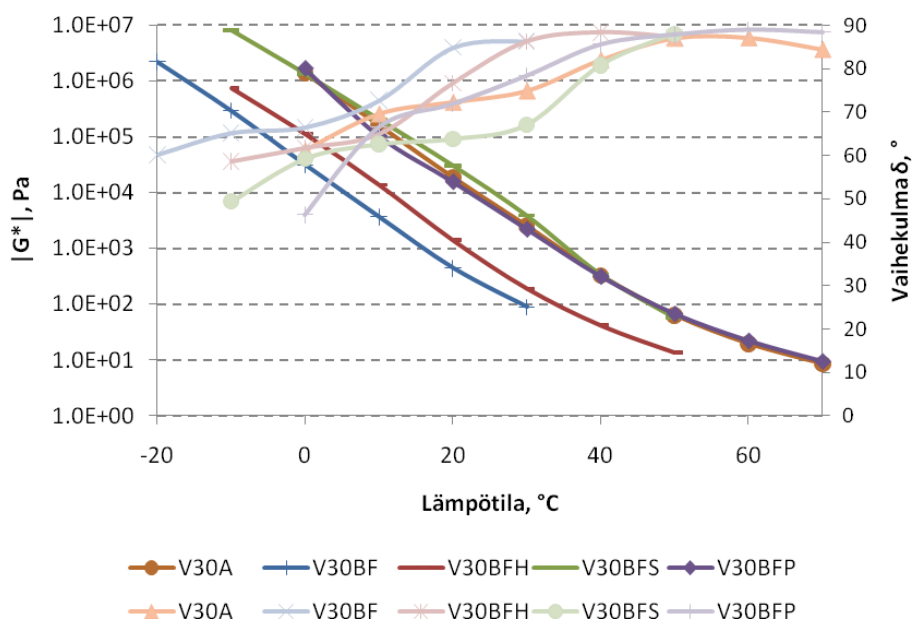
Lämpötila, °C	B20A		B20BF		B20BFH		B20BFS		B20BFP	
	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °
-20			494000	66,4						
-10			72000	74,5	306000	64,6				
0			9010	81,6	48300	73,1				
10			1250	86,7	6950	80,4	660000	62,2		
20	340000	73,3	245	88,9	1090	85,7	112000	71,0	511000	53,3
30	46800	80,1	65	89,7	227	88,4	17000	78,5	111000	61,8
40	6930	84,2			63,2	89,6	2790	84,1	22500	70,1
50	1300	86,5			22,2	89,8	591	87,4	4590	77,6
60	309	88,5					158	89,1	1010	83,4
70	90,9	89,0					53,4	89,8	261	86,8
80	33,2	88,2							79,8	88,5
90	14,8	87,0							31,4	88,2

**Taulukko G.5: Kompleksiset leikkausmoduulit pascaleina ja vaihe-erot asteina eri vaiheissa kuormitustaajuudella 1 Hz (BL2K)**

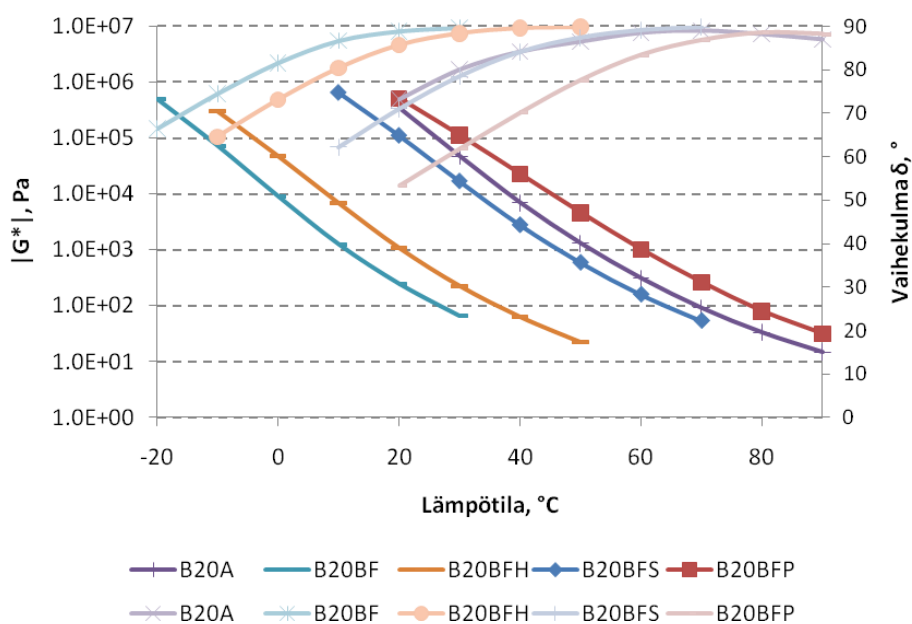
Lämpötila, °C	BL2KA	BL2K	BL2KH		BL2KS		BL2KP		
		G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °	G* , Pa	δ, °
-20		1360000	61,7						
-10		176000	65,7	5780000	54,7				
0		17900	70,4	813000	65,1	3060000	56,1		
10		1470	84,2	79800	71,4	433000	65,6	927000	59,1
20		219	88,5	6440	79,0	47100	72,1	122000	70,7
30		54,7	89,9	701	86,1	4370	80,0	13400	79,0
40				136	89,6	558	85,6	1860	84,2
50				42	89,8	128	89,0	370	86,9
60						41,7	89,5	101	88,2
70								34,2	90,0
80								14,1	90,0
90									



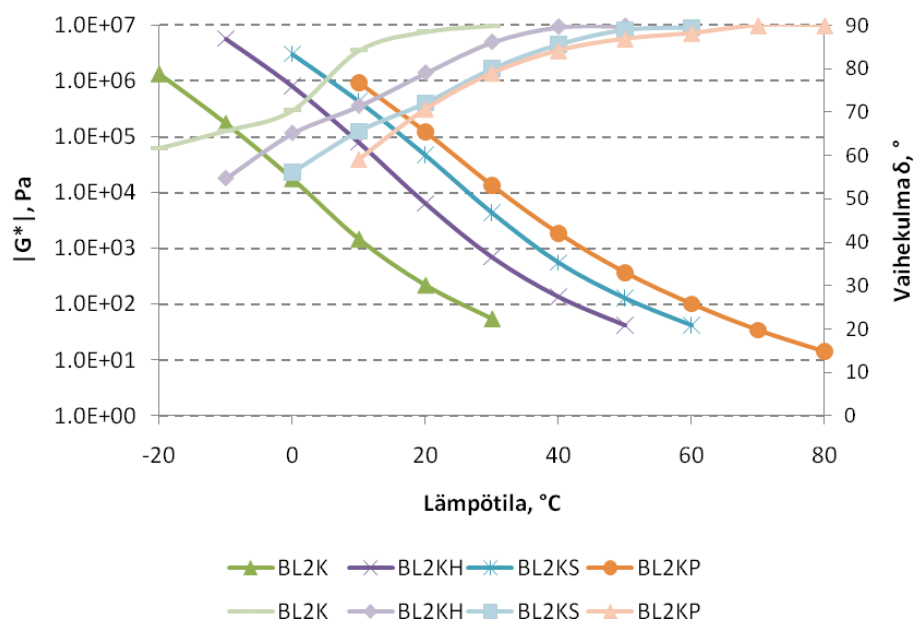
**Kuva G.1: V1500-pohjaisen bitumiliuoksen kompleksinen leikkausmoduuli ja vaihekulma lämpötilan funktiona tutkimuksen eri vaiheissa,  $f = 1$  Hz**



**Kuva G.2: V3000-pohjaisen bitumiliuoksen kompleksinen leikkausmoduuli ja vaihekulma lämpötilan funktiona tutkimuksen eri vaiheissa,  $f = 1$  Hz**



**Kuva G.3: 160/220-pohjaisen bitumiliuoksen kompleksinen leikkausmoduuli ja vaihekulma lämpötilan funktiona tutkimuksen eri vaiheissa,  $f = 1$  Hz**



**Kuva G.4: BL2K-bitumiliuoksen kompleksinen leikkausmoduuli ja vaihekulma lämpötilan funktiona tutkimuksen eri vaiheissa,  $f = 1 \text{ Hz}$**



## Liite H Haihdutuskokeen mittaustulokset

Taulukko H.1: V15BF-YH- ja V30BF-YH-näytteiden punnitustulokset (grammaa)

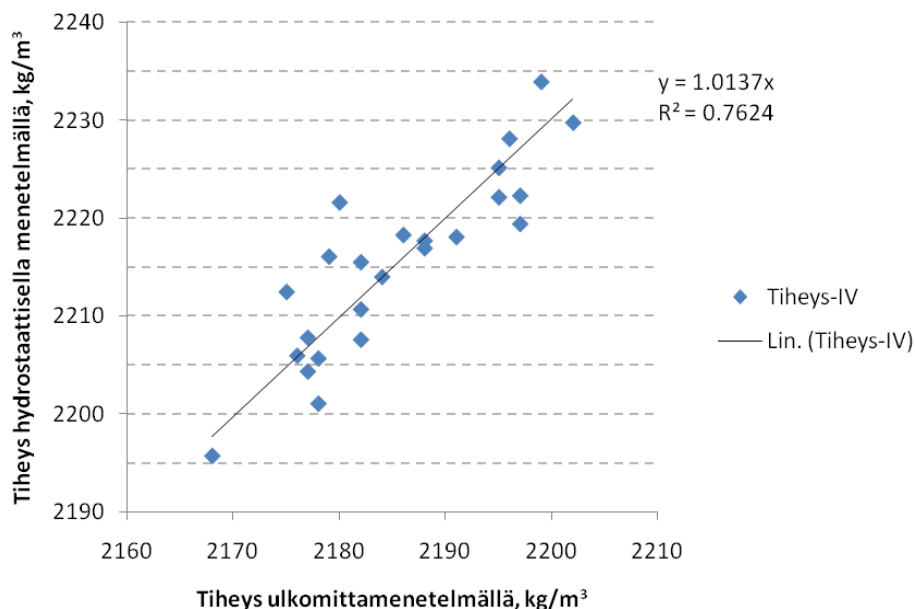
Bitumiliuos	V15BF-YH				V30BF-YH			
Kalvon paksuus	1 mm		3 mm		1 mm		3 mm	
Aika, h	Näyte 1	Näyte 2	Näyte 1	Näyte 2	Näyte 1	Näyte 2	Näyte 1	Näyte 2
0	3,9207	3,8789	12,0935	13,9045	3,8784	3,9028	13,8958	13,5778
1	3,9208	3,8778	12,0924	13,9026	3,8777	3,9030	13,8935	13,5752
1.5	3,9180	3,8711	12,0887	13,8942	3,8731	3,8995	13,8880	13,5712
3.5	3,9152	3,8725	12,0850	13,8956	3,8726	3,8985	13,8880	13,5703
20.5	3,9088	3,8661	12,0781	13,8884	3,8644	3,8901	13,8803	13,5625
28	3,9065	3,8645	12,0761	13,8847	3,8618	3,8873	13,8770	13,5594
44.5	3,9022	3,8603	12,0701	13,8810	3,8569	3,8820	13,8710	13,5534
52	3,9009	3,8582	12,0684	13,8782	3,8548	3,8802	13,8674	13,5500
73.5	3,8970	3,8546	12,0614	13,8714	3,8502	3,8753	13,8594	13,5412
168	3,8841	3,8404	12,0416	13,8501	3,8370	3,8623	13,8355	13,5178
237	3,8691	3,8282	12,0256	13,8313	3,8244	3,8490	13,8169	13,5001
644	3,8143	3,7697	11,9484	13,7497	3,7670	3,7920	13,7333	13,4187
844	3,7977	3,7536	11,9249	13,7238	3,7495	3,7754	13,7063	13,3920
988	3,7894	3,7450	11,9123	13,7107	3,7414	3,7670	13,6911	13,3772
1076	3,7841	3,7390	11,9038	13,7016	3,7356	3,7615	13,6796	13,3673
1177	3,7784	3,7334	11,8956	13,6927	3,7293	3,7557	13,6709	13,3575
1441	3,7669	3,7225	11,8756	13,6729	3,7180	3,7448	13,6503	13,3371
1682	3,7580	3,7127	11,8597	13,6549	3,7094	3,7350	13,6327	13,3196
2661	3,7288	3,6860	11,8073	13,5968	3,6822	3,7076	13,5732	13,2604

**Taulukko H.2: V60BF-YH- ja B20BF-YH-näytteiden punnitustulokset (grammaa)**

Bitumiliuos	V60BF-YH				B20BF-YH			
Kalvon paksuus	1 mm		3 mm		1 mm		3 mm	
Aika, h	Näyte 1	Näyte 2	Näyte 1	Näyte 2	Näyte 1	Näyte 2	Näyte 1	Näyte 2
0	3,8296	3,9049	12,0277	13,7911	3,8880	3,8534	13,6187	13,7821
1	3,8304	3,9033	12,0268	13,7889	3,8890	3,8553	13,6199	13,7805
1.5	3,8262	3,9017	12,0220	13,7857	3,8844	3,8513	13,6141	13,7749
3.5	3,8261	3,9011	12,0223	13,7852	3,8833	3,8501	13,6137	13,7742
20.5	3,8169	3,8926	12,0127	13,7754	3,8754	3,8427	13,6065	13,7668
28	3,8142	3,8900	12,0101	13,7728	3,8735	3,8407	13,6039	13,7644
44.5	3,8091	3,8847	12,0028	13,7659	3,8694	3,8366	13,5992	13,7597
52	3,8063	3,8819	12,0026	13,7630	3,8675	3,8347	13,5967	13,7567
73.5	3,8015	3,8770	11,9837	13,7540	3,8632	3,8299	13,5901	13,7505
168	3,7887	3,8653	11,9719	13,7314	3,8484	3,8150	13,5704	13,7300
237	3,7769	3,8532	11,9545	13,7138	3,8349	3,8016	13,5519	13,7116
644	3,7213	3,7971	11,8780	13,6362	3,7715	3,7375	13,4652	13,6246
844	3,7053	3,7812	11,8549	13,6091	3,7539	3,7198	13,4367	13,5965
988	3,6965	3,7726	11,8379	13,5957	3,7449	3,7102	13,4218	13,5810
1076	3,6914	3,7662	11,8282	13,5853	3,7387	3,7031	13,4111	13,5702
1177	3,6844	3,7607	11,8183	13,5756	3,7340	3,6988	13,4011	13,5612
1441	3,6729	3,7482	11,7984	13,5549	3,7218	3,6860	13,3770	13,5377
1682	3,6621	3,7364	11,7805	13,5353	3,7108	3,6757	13,3578	13,5178
2661	3,6352	3,7065	11,7240	13,4683	3,6822	3,6499	13,2963	13,4533

## Liite I Eri menetelmillä määritettyjen tiheyksien välinen yhteys

Ulkomitoista lasketut tiheydet olivat tutkimusten mukaan hieman pienempiä kuin hydrostaattisella menetelmällä määritetyt tiheydet (Taulukko I.1). Ulkomittamenetelmä ei ota huomioon koekappaleiden pinnan epätasaisuuksia, jotka hydrostaattisessa menetelmässä tulevat huomioon otetuiksi. Ulkomittamenetelmällä ja hydrostaattisella menetelmällä määritettyjen tiheyksien välille johdettiin yksinkertainen lineaarinen yhteys (Kuva I.1). Koekappaleiden ulkomittoina käytettiin kiertotiivistimen ilmoittamia arvoja. Tuloksena saadun yhtälön avulla laskettiin kaikille koekappaleille korjatut tiheydet, joita käytettiin koekappaleiden tilavuussuhteiden määrittämisessä.



Kuva I.1: Ulkomittamenetelmällä ja hydrostaattisella menetelmällä määritettyjen tiheyksien välinen yhteys

**Taulukko I.1: Koekappaleiden tiheydet ulkomittamenetelmällä ja hydrostaattisella menetelmällä määritettyinä**

Koekappale	Menetelmät	
	Ulkomitta	Hydrostaattinen
nro	kg/m <sup>3</sup>	kg/m <sup>3</sup>
6	2197	2219
15	2195	2222
16	2197	2222
18	2202	2230
25	2168	2196
27	2177	2204
40	2178	2201
45	2182	2208
53	2186	2218
54	2191	2218
57	2182	2215
72	2196	2228
75	2184	2214
82	2179	2216
89	2180	2222
95	2182	2211
100	2176	2206
104	2177	2208
116	2178	2206
120	2175	2212
121	2188	2217
124	2195	2225
130	2188	2218
144	2199	2234
Menetelmä	Ulkomitat kiertotiivistimestä	SFS-EN 12697-5 C

## Liite J Koekappaleiden halkaisuvetolujuustulokset

Taulukko J.1: Laboratorio-osuuden koekappaleiden halkaisuvetolujuudet

Lämpötila	Ikä	V15BF	V30BF	V60BF	B20BF	BL2K	V60BFB
°C	<i>vrk</i>	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>
10	1	43,4	37,6	49,2	47,1	46,3	45,8
10	1	38,2	41,2	42,5	47,3	43,8	45,6
10	1	46,0	39,5	49,0	43,1	42,0	44,6
10	1	46,9	39,2	46,3	46,1	48,3	42,6
10	1	44,3	39,3	43,4	45,2	47,8	49,4
10	7	44,3	37,2	51,7	56,4	44,8	48,0
10	7	46,8	39,7	49,4	55,3	42,6	48,9
10	7	46,0	40,5	52,3	53,5	50,5	45,7
10	7	38,9	34,9	48,2	56,8	46,8	47,0
10	7	40,5	40,5	49,7	53,3	44,6	48,8
10	28	44,4	39,6	51,7	59,7	64,2	50,1
10	28	49,0	43,8	60,7	65,3	69,1	45,2
10	28	52,4	41,3	55,2	64,7	58,4	48,5
10	28	43,7	46,1	61,2	68,3	53,5	56,0
10	28	47,1	38,4	56,4	72,7	64,5	52,9
-15	7	332,6	259,0	355,8	335,1	447,7	350,7
-15	7	343,3	277,6	333,1	326,4	446,7	365,8
-15	7	357,3	302,3	341,4	309,8	419,5	331,4
-15	7	337,8	270,4	344,6	350,1	435,9	334,8
-15	7	360,3	248,0	323,2	331,9	363,4	323,3

**Taulukko J.2: Kenttätutkimusten varastokasamassoista tehtyjen koekappaleiden halkaisuvetolujuudet**

Lämpötila	Ikä	Maantie-BioÖS	Maantie-BL2K
°C	<i>vrk</i>	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>
10	6	101,6	166,3
10	6	97,9	167,7
10	6	108,3	155,9
10	6	100,8	166,8
10	6	106,6	163,0
10	6	105,2	138,8

**Taulukko J.3: Kenttätutkimusten koetiemassoista tehtyjen koekappaleiden halkaisuvetolujuudet**

Lämpötila	Ikä	Eli-BioÖS	Eli-PAB	Punka-BioÖS	Punka-PAB
°C	<i>vrk</i>	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>	<i>kPa</i>
10	22	98,5	193,6	98,4	182,7
10	22	104,2	196,3	94,4	178,5
10	22	114,7	198,3	104,1	177,6
10	22	100,4	168,9	66,8	170,7
10	22	97,2	186,5	94,1	176,5
10	22	95,7	168,7	100,1	163,2

## Liite K Levyvastuskokeiden tilastolliset analyysit

Levyvastuskokeiden tuloksille tehtiin yksisuuntainen varianssianalyysi tilastollisesti merkitsevien erojen havaitsemiseksi. Alla on tulosteet levyvastuksen keskiarvojen analyysien tuloksista.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 11:57:41

Työstettävyys,

### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of Bladeresistance\_7d\_-10C by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
V15B	2.7527	A
BL2K	1.1073	B
V15BF	0.9367	BC
V30BF	0.7673	CD
V60BFB	0.7607	CD
B20BF	0.7587	CD
V60BF	0.6697	D

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
0.0681

Critical T Value 3.699 Critical Value for Comparison  
0.2519

There are 4 groups (A, B, etc.) in which the means  
are not significantly different from one another.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:37:17

Työstettävyys,

### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of Bladeresistance\_28d\_-10C by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
V15B	2.9375	A
BL2K	1.7767	B
B20BF	0.9730	C
V60BF	0.9403	C
V60BFB	0.8980	C
V15BF	0.8537	C
V30BF	0.7990	C

Alpha 0.05

Critical T Value 3.760

There are 3 groups (A, B, etc.) in which the means  
are not significantly different from one another.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:00:42

Työstettävyyys,

**Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of  
Bladeresistance\_28d\_0C by GID**

GID	Mean	Homogeneous Groups
V15B	0.5395	A
BL2K	0.4067	B
B20BF	0.3920	BC
V30BF	0.3357	CD
V15BF	0.3340	CDE
V60BFB	0.2800	DE
V60BF	0.2723	E

Alpha 0.05

Critical T Value 3.760

There are 5 groups (A, B, etc.) in which the means  
are not significantly different from one another.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:07:41

V15BF,

**Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of Bladeresistance by  
GID**

GID	Mean	Homogeneous Groups
7 vrk	0.9367	A
28 vrk	0.8537	A

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
0.0719

Critical T Value 2.776 Critical Value for Comparison  
0.1996

There are no significant pairwise differences among the means.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:08:52

V30BF,

**Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of Bladeresistance by  
GID**

GID	Mean	Homogeneous Groups
28 vrk	0.7990	A
7 vrk	0.7673	A

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
0.0555

Critical T Value 2.776 Critical Value for Comparison  
0.1540

There are no significant pairwise differences among the means.



Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:09:55

V60BF,

**Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of Bladeresistance by GID**

GID	Mean	Homogeneous Groups
28 vrk	0.9403	A
7 vrk	0.6697	B

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
0.0413

Critical T Value 2.776 Critical Value for Comparison  
0.1147

All 2 means are significantly different from one another.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:11:00

B20BF,

**Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of Bladeresistance by GID**

GID	Mean	Homogeneous Groups
28 vrk	0.9730	A
7 vrk	0.7587	B

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
0.0475

Critical T Value 2.776 Critical Value for Comparison  
0.1320

All 2 means are significantly different from one another.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:12:11

BL2K,

**Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of Bladeresistance by GID**

GID	Mean	Homogeneous Groups
28 vrk	1.7767	A
7 vrk	1.1073	B

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
0.0636

Critical T Value 2.776 Critical Value for Comparison  
0.1765

All 2 means are significantly different from one another.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:13:01

V60BFB,

**Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of Bladeresistance by  
GID**

GID	Mean	Homogeneous Groups
-----	------	--------------------

28 vrk	0.8980	A
7 vrk	0.7607	B

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
0.0470

Critical T Value 2.776 Critical Value for Comparison  
0.1304

All 2 means are significantly different from one another.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:14:02

V15B,

**Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of Bladeresistance by  
GID**

GID	Mean	Homogeneous Groups
-----	------	--------------------

28 vrk	2.9375	A
7 vrk	2.7527	A

Alpha 0.05

Critical T Value 3.182

There are no significant pairwise differences among the means.

## Liite L Sideainepitoisuuden määrittäminen puolianalyttisellä menetelmällä

Hudsonin ja Davisin (1965) kehittämän menetelmän mukaan voidaan laskea kiviaineksen tyhjätila hienoaineksen tyhjätilan perusteella (Kaava L.1). Hudsonin ja Davisin menetelmällä laskettua kiviaineksen tyhjätilaa 22,2 % (Taulukko L.1) korjattiin Apilon (1996) määrittämää kerrointa 1,087 käyttäen. Lopulliseksi kiviaineksen tyhjätilaksi saatiin 24,2 %. Käytetyt kertoimet valittiin taulukosta L.2. Sideainepitoisuus massaprosentteina voidaan laskea halutulla täyttöasteella kaavalla L.2.

$$KAT_n = F \left( f \left( \frac{P_n}{P_{n-1}} \right) \right) \times KAT_{n-1} , \quad (L.1)$$

missä  $KAT_n$  on seulan  $n$  läpäisseen kiviaineksen tyhjätila,  $KAT_{n-1}$  seulaa  $n$  edeltäneen seulan läpäisseen kiviaineksen tyhjätila,  $P_n$  seulan  $n$  läpäisyprosentti ja  $P_{n-1}$  seulaa  $n$  edeltäneen seulan läpäisyprosentti ja  $F$  tyhjätilan vähennyskerroin.

**Taulukko L.1: Kiviaineksen tyhjätilan laskemisessa käytetyt kertoimet**

Seulan koko	Läpäisyprosentti $P_n$	Läpäisyprosentin suhde ( $P_n/P_{n-1}$ )	F	VMA
mm	%			%
0,063	5,8			40,3
0,125	8,6	1,45	0,920	37,1
0,25	13,4	1,55	0,924	34,3
0,5	21,3	1,60	0,926	31,7
1	34,1	1,60	0,926	29,4
2	52,8	1,55	0,924	27,2
4	72,1	1,35	0,919	25,0
5,6	84,6	1,15	0,951	23,7
8	97,3	1,15	0,951	22,6
11,2	100,0	1,05	0,985	22,2

$$KA = 100 \times \frac{V_b \times \rho_b}{(100 - KAT) \times \rho_k + V_b \times \rho_b} , \quad (L.2)$$

missä  $K_A$  on sideainepitoisuus massaprosentteina,  $V_b$  sideaineen tilavuusosuus (%),  $\rho_b$  sideaineen tiheys ( $\text{kg/m}^3$ ) ja  $\rho_k$  kiviaineksen tiheys ( $\text{kg/m}^3$ )

**Taulukko L.2: Vähennyskertoimet kiviaineksen tyhjätilan määrittämistä varten seulojen eri läpäisyprosenttien suhteen mukaan**

$P_n/P_{n-1}$	$F_{\text{pyöreä}}$	$F_{\text{särmikäs}}$
1,00	1,0000	1,000
1,05	0,9805	0,985
1,10	0,9583	0,970
1,15	0,9325	0,951
1,20	0,9098	0,935
1,25	0,9015	0,924
1,30	0,8945	0,920
1,35	0,8908	0,919
1,40	0,8908	0,919
1,45	0,8926	0,920
1,50	0,8971	0,921
1,55	0,9032	0,924
1,60	0,9107	0,926
1,65	0,9193	0,931
1,70	0,9260	0,938
1,75	0,9332	0,947
1,80	0,9400	0,955
1,85	0,9465	0,963
1,90	0,9528	0,970
1,95	0,9589	0,978
2,00	0,9647	0,985
2,05	0,9703	0,993
2,10	0,9757	1,000
2,15	0,9805	
2,20	0,9856	
2,25	0,9905	
2,30	0,9953	

## Liite M Halkaisuvetokokeiden tilastolliset analyysit

Halkaisuvetolujuuskokeiden tuloksille suoritettiin yksisuuntainen varianssianalyysi tilastollisesti merkitsevien erojen havaitsemiseksi. Alla ovat tulosteet halkaisuvetolujuuksien keskiarvojen analyysien tuloksista.

Statistix 8.1  
7.10.2010, 8:53:09

Vuorokausi,

### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of HVL by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
V60BF	46.087	A
B20BF	45.755	A
BL2K	45.637	A
V60BFB	45.588	A
V15BF	43.743	AB
V30BF	39.350	B

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
1.6156  
Critical T Value 3.258 Critical Value for Comparison  
5.2642

There are 2 groups (A and B) in which the means  
are not significantly different from one another.

Statistix 8.1  
7.10.2010, 8:51:09

Viikko,

### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of HVL by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
B20BF	55.060	A
V60BF	50.254	AB
V60BFB	47.668	BC
BL2K	45.886	BC
V15BF	43.289	CD
V30BF	38.572	D

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
1.5090  
Critical T Value 3.258 Critical Value for Comparison  
4.9168

There are 4 groups (A, B, etc.) in which the means  
are not significantly different from one another.

Statistix 8.1  
7.10.2010, 8:49:27

Kuukausi,

#### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of HVL by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
B20BF	66.136	A
BL2K	61.917	AB
V60BF	57.057	BC
V60BFB	50.528	CD
V15BF	47.317	D
V30BF	41.841	D

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
2.7634

Critical T Value 3.258 Critical Value for Comparison  
9.0044

There are 4 groups (A, B, etc.) in which the means  
are not significantly different from one another.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:16:11

V15BF,

#### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of HVL by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
1 kk	47.317	A
1 vrk	43.743	A
1 vko	43.289	A

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
2.1911

Critical T Value 2.779 Critical Value for Comparison  
6.0900

There are no significant pairwise differences among the means.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:16:50

V30BF,

#### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of HVL by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
1 kk	41.841	A
1 vrk	39.350	A
1 vko	38.572	A

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
1.5182

Critical T Value 2.779 Critical Value for Comparison  
4.2199

There are no significant pairwise differences among the means.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:17:20

V60BF,

#### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of HVL by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
1 kk	57.057	A
1 vko	50.254	B
1 vrk	46.087	B

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
1.9432

Critical T Value 2.779 Critical Value for Comparison  
5.4011

There are 2 groups (A and B) in which the means  
are not significantly different from one another.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:17:48

B20BF,

#### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of HVL by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
1 kk	66.136	A
1 vko	55.060	B
1 vrk	45.755	C

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
1.9464

Critical T Value 2.779 Critical Value for Comparison  
5.4101

All 3 means are significantly different from one another.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:18:24

BL2K,

#### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of HVL by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
1 kk	61.917	A
1 vko	45.886	B
1 vrk	45.637	B

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
2.6518

Critical T Value 2.779 Critical Value for Comparison  
7.3706

There are 2 groups (A and B) in which the means  
are not significantly different from one another.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:18:43

V60BFB,

#### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of HVL by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
1 kk	50.528	A
1 vko	47.668	A
1 vrk	45.588	A

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
1.8289

Critical T Value 2.779 Critical Value for Comparison  
5.0835

There are no significant pairwise differences among the means.

Statistix 8.1  
18.11.2010, 12:20:37

-15C,

#### Bonferroni All-Pairwise Comparisons Test of HVL by GID

GID	Mean	Homogeneous Groups
BL2K	422.64	A
V15BF	346.26	B
V60BFB	341.20	B
V60BF	339.61	B
B20BF	330.67	B
V30BF	271.45	C

Alpha 0.05 Standard Error for Comparison  
12.777

Critical T Value 3.258 Critical Value for Comparison  
41.632

There are 3 groups (A, B, etc.) in which the means  
are not significantly different from one another.